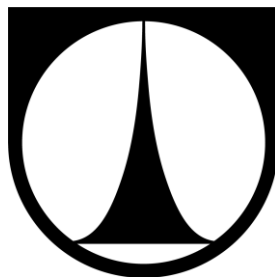


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ



**MODELOVÁNÍ GLOBÁLNÍCH MECHANICKÝCH
VLASTNOSTÍ NA ZÁKLADĚ EXPERIMENTÁLNÍHO
STANOVENÍ VLASTNOSTÍ LOKÁLNÍCH**

DISERTAČNÍ PRÁCE



Modelování globálních mechanických vlastností na základě experimentálního stanovení vlastností lokálních

Disertační práce

Studijní program: P2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 3911V011 – Materiálové inženýrství
Autor práce: **Ing. Peter Burik**
Vedoucí práce: prof. Ing. Ladislav Pešek, CSc.



Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé disertační práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li disertační práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Disertační práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé disertační práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Pod'akovanie

Moje pod'akovanie za všetky cenné rady, pripomienky a odborné konzultácie pri spracovaní dizertačnej práci patrí predovšetkým môjmu vedúcemu dizertačnej práce prof. Ing. Ladislavovi Pešekovi, CSc. Ďalej by som sa rád pod'akoval pracovníkom Katedry materiálu a Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace na Technickej univerzite v Liberci a to konkrétne Ing. Pavlu Kejzlarovi, PhD. za poskytnuté snímky z rastrovacieho elektrónového mikroskopu a analýzu, Ing. Zuzane Andršovej, PhD. za pomoc pri príprave a realizácii časti experimentov a Ing. Lukášovi Voleskému za poskytnutie snímok z mikroskopie atomárnych síl.

Dizertačná práca bola podporovaná projektmi SGS „Moderní trendy v materiálovém inženýrství" a „Studium a hodnocení struktur a vlastností materiálů“.

Abstrakt v SJ

Kombináciou chemického zloženia a podmienok spracovania môžeme vytvoriť širokú škálu ocelí s rôznou mikroštruktúrou, ktoré majú rôzne mechanické vlastnosti. Nízkouhlíková oceľ patrí medzi najpoužívanejšiu oceľ pre jej priemernú pevnosť, húževnatosť, zvariteľnosť a pod.. V súčasnosti sa však zvyšuje dopyt pre ocele, ktoré majú vysokú pevnosť a lepšie plastické vlastnosti ako má nízkouhlíková oceľ. Aby sme zlepšili mechanické vlastnosti ocelí s konvenčným chemickým zložením, je potrebné vytvárať ocele so zložitejšou mikroštruktúrou. Optimálnu mikroštruktúru s požadovanými pevnostnými a plastickými vlastnosťami je možné dosiahnuť pomocou viacerých materiálových variant, ktoré sa najprv vyrobia a následne sa skúšajú ich mechanické vlastnosti. Hlavnou myšlienkou dizertačnej práce je vytvoriť a použiť fyzikálny model na vytvorenie materiálu s požadovanými vlastnosťami bez potreby rozsiahleho experimentálneho vyšetrenia. Tento model je založený na vzťahu medzi mikroštruktúrou a mechanickými vlastnosťami. Makroskopické (globálne) mechanické vlastnosti ocelí sú závislé od mikroštruktúry, kryštalografickej orientácie zrna, rozloženia jednotlivých fáz a pod.. Na vytvorenie fyzikálneho modelu je preto potrebné poznať mechanické vlastnosti jednotlivých fáz v oceli. Lokálne mechanické vlastnosti budeme merať v mierke veľkosti zrna. Nanomechanické testovanie pomocou inštrumentovanej indentačnej metódy predstavuje jednoduchý spôsob pre kvantitatívnu charakteristiku jednotlivých fáz v mikroštruktúre, pretože je to vhodná technika pre charakteristiku materiálov v malých objemoch. Pomocou inštrumentovanej indentačnej metódy môžeme merať lokálne mechanické vlastnosti (indentačnú tvrdosť H_{IT} , indentačný modul E_{IT} , indentačnú energiu: celkovú W , elastickú W_{el} , plastickú W_{pl}) jednotlivých mikroštruktúrnych zložiek v multifázovom materiáli. Tým získame informácie vhodné na vývoj nových materiálov a modelovanie.

Aby sme mohli prepojiť mechanické vlastnosti v rôznych mierkach použijeme makromechanický prístup založený na objemovom podiele komponentu, ktorý umožňuje popísať heterogenity pomocou veličín mechaniky kontinua. Cieľom je odvodiť efektívne materiálové vlastnosti jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov materiálu a kvantifikovať vplyv mikroštruktúrnych zložiek (hranice zrna, kryštalografická orientácia a pod.). V práci použijeme na modelovanie globálnych mechanických vlastností zmiešavacie pravidlo, to je, že makroskopické vlastnosti materiálu, zloženého z dvoch, alebo viacerých komponentov, získame ako súčet

objemových podielov jednotlivých komponentov krát ich individuálne vlastnosti. Modelovanie pomocou zmiešavacieho pravidla budeme vykonávať v mikroštruktúrnom režime modelovania.

Experimentálny materiál tvoria oceľové plechy používané v automobilovom priemysle, a to oceľový plech s jednokomponentnou mikroštruktúrou (oceľ bez interstícií), ktorá slúži na overenie spoľahlivosti zmiešavacieho pravidla a tri akosti oceľových plechov s dvojkomponentnou mikroštruktúrou (mikrolegovaná oceľ, dvojfázová oceľ).

Kľúčové slová

materiálový model, zmiešavacie pravidlo, mikroštruktúrny modelovací režim, inštrumentovaná indentačná metóda, tenké oceľové plechy

Abstract v AJ

The coupled combination of chemical composition and processing conditions is able to produce in steels a broad range of microstructures with various mechanical properties. Low carbon steel is most commonly applied because steel has an average strength, good toughness, weldability and formability, among others. However, it is an increasing demand for steels having higher strength and better plastic properties. In order to improve the mechanical properties of steels with conventional chemical composition it is necessary to establish complex microstructure. To find the optimum microstructure having desired relation of strength and plastic properties, it is necessary to produce different material variants. Usually the material is produced and then its properties are measured. The main idea of this work is using a physical model to prepare a virtual material with the required properties. The model is based on the relationship between the microstructure and mechanical properties. The macroscopic (global) mechanical properties of steel are highly dependent upon microstructure, crystallographic orientation of grains, distribution of each phase present, etc... We need to know the local mechanical properties of each phase separately in multiphase materials. The grain size is a scale, where local mechanical properties are responsible for the behavior. Nanomechanical testing using depth sensing indentation (DSI) provides a straightforward solution for quantitatively characterizing each of phases in microstructure because it is very powerful technique for characterization of materials in small volumes. Measuring the local properties (indentation hardness H_{IT} , Young's modulus E_{IT} , indentation energy: total W , elastic W_{el} , plastic W_{pl}) of each microstructure component separately in multiphase materials gives information that is valuable for the development of new materials and for modeling.

A micromechanical approach based on volume fraction components enables to describe the heterogeneities with the help of continuum mechanical quantities and by this to link mechanical properties at different scales. Thereby it is the goal to derive effective material properties for the component from microstructure quantities and to quantify the effect of microstructural features (grain boundaries, crystallographic orientation, etc.). The PhD thesis used to model global mechanical properties of the mixing rule. The rule of mixture means - macroscopic properties of aggregates or composites consisting of two or more constituents can be obtained as the sum of the volume fraction of the components times their individual properties. It is used to model

composite materials, which comprise aggregates of two or more components or phases. Modeling by mixture rules will be implemented in microstructure modeling mode. The experimental materials consists of steel sheet which are used in the automotive industry. Thin steel sheet with single component microstructure (interstitial free steels), which is used to verify the reliability of the mixing rule and three grades of thin steel sheets with two-component microstructure (microalloyed steel, dual phase steels).

Keywords

material model, mixing rule, microstructure modeling mode, instrumented indentation method, thin steel sheets

Obsah

| | |
|---|----|
| Zoznam obrázkov | 10 |
| Zoznam tabuliek | 12 |
| Zoznam symbolov a skratiek | 14 |
| 1 Súčasný stav problematiky | 18 |
| 1.1 Definovanie malého objemu v materiálovom inžinierstve | 18 |
| 1.2 Skúšobné metódy pre charakterizovanie lokálnych mechanických vlastností | 19 |
| 1.3 Inštrumentovaná indentačná metóda | 21 |
| 1.3.1 Charakteristika inštrumentovanej indentačnej metódy (Depth Sensing Indentation – DSI) | 21 |
| 1.3.2 Indentory (hroty) | 22 |
| 1.3.3 Všeobecný postup indentačného procesu | 24 |
| 1.3.4 Analýza nameraných indentačných dát | 25 |
| 1.3.5 Výpočet základných charakteristík podľa metódy Oliver & Pharr | 25 |
| 1.3.6 Faktory ovplyvňujúce DSI | 30 |
| 1.3.7 Meranie mechanických vlastností štruktúrnych fáz v multifázovej oceli | 40 |
| 1.4 Charakterizácia experimentálneho materiálu | 42 |
| 1.4.1 Ocele bez interstícií (Interstitial free (IF) steel) | 42 |
| 1.4.2 Dvojfázové ocele (Dual phase (DP) steel) | 42 |
| 1.4.3 Mikrolegované ocele | 43 |
| 1.5 Faktory ovplyvňujúce globálne mechanické vlastnosti polykrystalického materiálu | 44 |
| 1.5.1 Kryštalografická orientácia zrna | 44 |
| 1.5.2 Hranica zrna | 46 |
| 1.6 Materiálové modelovanie | 47 |
| 1.6.1 Veľkostné úrovne materiálového modelovania | 48 |
| 1.6.2 Techniky materiálového modelovania | 49 |
| 2 Zhrnutie literárnych poznatkov | 53 |
| 3 Tézy dizertačnej práce | 55 |
| 4 Experimentálna časť práce | 57 |
| 4.1 Súhrn experimentálneho programu | 58 |
| 4.2 Materiál a použité experimentálne metodiky | 59 |
| 4.2.1 Experimentálne materiály | 59 |
| 4.2.2 Metodika experimentov | 62 |
| 5 Analýza výsledkov a diskusia | 72 |
| 5.1 Pile-up | 72 |
| 5.1.1 Teoretický predpoklad vzniku pile-upu | 72 |

| | | |
|-------|--|-----|
| 5.1.2 | Charakteristika materiálového pile-upu..... | 72 |
| 5.1.3 | Vplyv smeru skenovania pomocou mikroskopie atomárných síl na výšku pile-upu | 75 |
| 5.1.4 | Vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti v závislosti od rôzneho spôsobu počítania..... | 75 |
| 5.1.5 | Pile-up pri rôznom maximálnom zaťažení | 76 |
| 5.1.6 | Pile-up pri rôznej deformačnej histórii | 77 |
| 5.1.7 | Vplyvu pile-upu na mechanické vlastnosti komponentov | 78 |
| 5.2 | Indentation size effect (ISE)..... | 80 |
| 5.3 | Mechanické vlastnosti komponentov | 81 |
| 5.3.1 | Mechanické vlastnosti komponentov pri rôznej príprave povrchu vzorky... .. | 81 |
| 5.3.2 | Vplyv anizotropie na mechanické vlastnosti komponentov | 82 |
| 5.3.3 | Mechanické vlastnosti komponentov s ignorovaním hraníc zrn | 83 |
| 5.3.4 | Mechanické vlastnosti komponentov s uvažovaním hraníc zrn | 86 |
| 5.3.5 | Mechanické vlastností komponentov pri rôznej kryštalografickej orientácii zrn | 90 |
| 5.3.6 | Mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov pri rôznej deformačnej histórii | 93 |
| 5.3.7 | Porovnanie faktorov, ktoré vplyvajú na indentačnú tvrdosť | 96 |
| 6 | Optimalizácia parametrov mriežkovej metódy..... | 97 |
| 7 | Modelovanie globálnych mechanických vlastností | 99 |
| 7.1 | Model globálnych mechanických vlastností s ignorovaním hraníc zrn | 101 |
| 7.2 | Model globálnych mechanických vlastností s uvažovaním hraníc zrn | 102 |
| 7.3 | Model globálnych mechanických vlastností s čiastočným uvažovaním hraníc zrn | 103 |
| 7.4 | Model globálnych mechanických vlastností ocelí s uvažovaním kryštalografickej orientácie zrna..... | 104 |
| 8 | Záver | 108 |
| 9 | Výhľad do budúcnosti..... | 111 |
| 10 | Zoznam vlastných publikácií | 112 |
| 11 | Zoznam použitej literatúry | 114 |
| 12 | Prílohy..... | 122 |

Zoznam obrázkov

| | |
|---|----|
| <i>Obr. 1</i> Definícia malého objemu [2] | 18 |
| <i>Obr. 2</i> Princíp videoextenzometrie [5] | 19 |
| <i>Obr. 3</i> Indentačná krivka [9] | 22 |
| <i>Obr. 4</i> Geometrické parametre indentorov [11] | 23 |
| <i>Obr. 5</i> Schematické znázornenie prierezu vtláčku pri indentácii [14] | 24 |
| <i>Obr. 6</i> Porovnanie jednotlivých metód merania tvrdosti [20] | 27 |
| <i>Obr. 7</i> Závislosť indentačných kriviek a vtláčkov od charakteru materiálu [20] | 27 |
| <i>Obr. 8</i> Závislosti indentačnej tvrdosti H_{IT} od indentačnej hĺbky h získaná: | 30 |
| <i>Obr. 9</i> Schéma vzniku GND dislokácií [22] | 31 |
| <i>Obr. 10</i> Schematické znázornenie sink-inu a pile-upu v priereze vtláčku [1] | 33 |
| <i>Obr. 11</i> Pričný rez vtláčku [29] | 33 |
| <i>Obr. 12</i> Definovanie skutočnej kontaktnej hĺbky pri vzniku pile-upu [33] | 36 |
| <i>Obr. 13</i> Profil vtláčku pri rôznom maximálnom zaťažení [37] | 38 |
| <i>Obr. 14</i> Porovnanie ideálneho a reálneho tvaru hrotu indentora pri rôznej indentačnej hĺbke [2] | 39 |
| <i>Obr. 15</i> Porovnanie indentačných parametrov ideálneho a reálneho hrotu indentora [11] | 39 |
| <i>Obr. 16</i> Princíp mriežkovej indentačnej metódy pre heterogénne materiály [42] | 41 |
| <i>Obr. 17</i> Mikroštruktúra dvojfázovej ocele [44] | 43 |
| <i>Obr. 18</i> Orientácia jednotlivých kryštálov v tuhom materiáli [55] | 45 |
| <i>Obr. 19</i> Schematické znázornenie Bunge-Eulerového spôsobu vyjadrenia rotácie referenčného súradnicového systém vzorky do súradnicového systému kryštálu [55] .. | 45 |
| <i>Obr. 20</i> Mikroštruktúra ocele XSG | 60 |
| <i>Obr. 21</i> Mikroštruktúra ocele HR 45 | 60 |
| <i>Obr. 22</i> Mikroštruktúra ocele DP 600 | 61 |
| <i>Obr. 23</i> Mikroštruktúra ocele DP 1000 | 61 |
| <i>Obr. 24</i> Schéma merania vplyvu smeru skenovania vtláčku pomocou AFM na výšku pile-upu | 62 |
| <i>Obr. 25</i> Schéma merania výšky pile-upu | 62 |
| <i>Obr. 26</i> Úprava ťahových telies pred leštením | 64 |
| <i>Obr. 27</i> Vzorky (XSG) a (HR 45) po úprave | 64 |
| <i>Obr. 28</i> Schéma merania vplyvu pile-upu pri rôznej deformácii | 64 |
| <i>Obr. 29</i> Schéma merania vplyvu pile-upu pri konštantnej deformácii | 65 |
| <i>Obr. 30</i> Základné kryštalografické roviny v kubickej priestorovo centrovanej mriežke .. | 69 |
| <i>Obr. 31</i> Schéma rôznych smerov a rovín valcovania plechu | 70 |
| <i>Obr. 32</i> Indentačná matica v EBSD mape, $x = 8 \mu\text{m}$ | 71 |
| <i>Obr. 33</i> Rozloženie plochy zrna | 71 |
| <i>Obr. 34</i> Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na pomer h_f/h_{max} | 72 |
| <i>Obr. 35</i> Vtláčok (DP 600), zväčšenie v smere $z = 15000 \times$ | 73 |
| <i>Obr. 36</i> Profil vtláčku (DP 600); $F_{\text{max}} = 100 \text{ mN}$ [70] | 74 |
| <i>Obr. 37</i> Vtláčok (DP 600); $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$ [70] | 74 |
| <i>Obr. 38</i> Vtláčok (HR 45); $F_{\text{max}} = 200 \text{ mN}$ [70] | 74 |
| <i>Obr. 39</i> Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na koeficient r_E pre indentačný modul | 76 |
| <i>Obr. 40</i> Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na koeficient r_H pre indentačnú tvrdosť ... | 76 |
| <i>Obr. 41</i> Závislosť koeficientu r_H pre indentačnú tvrdosť H_{IT} od skutočnej pozdĺžnej deformácie ψ [72] | 78 |

| | |
|---|-----|
| <i>Obr. 42</i> Závislosť koeficientu r_E pre indentačný modul E_{IT} od skutočnej pozdĺžnej deformácie ψ [72] | 78 |
| <i>Obr. 43</i> Závislosť tvaru a výšky pile-upu od hranice zrna (XSG); $F_{max} = 5$ mN [73] | 79 |
| <i>Obr. 44</i> Závislosť indentačnej tvrdosti H_{IT} od veľkosti zaťaženia F_{max} | 80 |
| <i>Obr. 45</i> Aproximácia indentačnej tvrdosti H_{IT} feritu a martenzitu | 85 |
| <i>Obr. 46</i> Detail povrchu vzorky ocele XSG, ktorý ukazuje vplyv hranice zrna na indentačnú tvrdosť H_{IT} [MPa]; $F_{max} = 5$ mN [83] | 87 |
| <i>Obr. 47</i> Vtlačok (XSG); $F_{max} = 5$ mN | 88 |
| <i>Obr. 48</i> Indentačná matica v EBSD mape (XSG) | 90 |
| <i>Obr. 49</i> Indentačná tvrdosť H_{IT} feritického zrna ako funkcia kryštalografickej orientácie zrna danej pomocou uhla ϕ_2 (v smere normály k povrchu vzorky) [85] | 93 |
| <i>Obr. 50</i> Indentačná matica v EBSD mape (HR 45) [87] | 95 |
| <i>Obr. 51</i> Vtlačky pri meraní bulk mechanických vlastností; $F_{max} = 500$ mN | 99 |
| <i>Obr. 52</i> Porovnanie veľkosti vtlačkov pri meraní bulk ($F_{max} = 500$ mN) a lokálnych ($F_{max} = 5$ mN) mechanických vlastností (XSG) | 100 |

Zoznam tabuliek

| | |
|--|----|
| <i>Tab. 1 Nominálne geometrické vzťahy vybraných indentorov [10, 11, 12]</i> | 24 |
| <i>Tab. 2 Súhrn experimentálneho programu</i> | 58 |
| <i>Tab. 3 Veľkosť mikroštruktúrnych komponentov D a objemový podiel komponentov V</i> | 59 |
| <i>Tab. 4 Mechanické vlastnosti ($R_p 0,2$ – zmluvná medza sklzu, R_m – medza pevnosti, A_{80} – ťažnosť, HV 1 – tvrdosť podľa Vickersa, n – exponent deformačného spevnenia) a hrúbka plechu t</i> | 59 |
| <i>Tab. 5 Chemické zloženie ocelí [hmot. %]</i> | 60 |
| <i>Tab. 6 Reálny percentuálny plošný podiel V_{real} [%] kryštalografických rovin (001); (101); (111) a „medzirovín“ (001)/(101); (101)/(111); (001)/(111).....</i> | 62 |
| <i>Tab. 7 Postupnosť prípravy povrchu metalografickej vzorky.....</i> | 66 |
| <i>Tab. 8 Vplyv smeru skenovania vtláčku pomocou AFM na výšku laloku pile-upu [70].</i> | 75 |
| <i>Tab. 9 Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na koeficient r_H pre indentačná tvrdosť a na r_H pre indentačná tvrdosť [71]</i> | 77 |
| <i>Tab. 10 Vplyv pile-upu na mechanické charakteristiky komponentov v oceliach; $F_{max} = 5$ mN [73]</i> | 79 |
| <i>Tab. 11 Drsnosť povrchu vzorky R_a pri rôznych spôsoboch prípravy povrchu vzorky... </i> | 81 |
| <i>Tab. 12 Priemerná indentačná tvrdosť H_{IT} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn v závislosti od spôsobu prípravy povrchu vzorky; $F_{max} = 5$ mN [76].....</i> | 82 |
| <i>Tab. 13 Rozsah indentačnej tvrdosti H_{IT} a indentačného modulu E_{IT} v závislosti od spôsobu prípravy povrchu vzorky; $F_{max} = 5$ mN [76]</i> | 82 |
| <i>Tab. 14 Anizotropia indentačnej tvrdosti H_{IT} feritu (XSG); $F_{max} = 5$ mN</i> | 83 |
| <i>Tab. 15 Maximálna indentačná hĺbka h_{max} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5$ mN, počet hodnotených zŕn N_z [79]</i> | 83 |
| <i>Tab. 16 Indentačná tvrdosť H_{IT} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5$ mN [79]</i> | 83 |
| <i>Tab. 17 Indentačný modul E_{IT} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5$ mN [79]</i> | 84 |
| <i>Tab. 18 Index plasticity ω_{plast} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5$ mN [79]</i> | 84 |
| <i>Tab. 19 Vplyv polohy vtláčkov na indentačnú tvrdosť H_{IT} a index plasticity ω_{plast}; $F_{max} = 5$ mN [83]</i> | 88 |
| <i>Tab. 20 Maximálna indentačná hĺbka vtláčkov h_{max}; $F_{max} = 5$ mN, počet hodnotených zŕn N_z.....</i> | 89 |
| <i>Tab. 21 Indentačná tvrdosť H_{IT} komponentov s uvažovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5$ mN [84]</i> | 89 |
| <i>Tab. 22 Index plasticity ω_{plast} komponentov s uvažovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5$ mN [84]</i> | 89 |
| <i>Tab. 23 Počet zŕn N_z, z ktorých boli hodnotené mechanické vlastnosti feritu v rôznych kryštalografických rovinách</i> | 91 |
| <i>Tab. 24 Indentačná tvrdosť H_{IT} feritu v rôznych kryštalografických rovinách</i> | 91 |
| <i>Tab. 25 Index plasticity ω_{plast} feritu v rôznych kryštalografických rovinách.....</i> | 91 |
| <i>Tab. 26 Indentačný modul E_{IT} feritu v rôznych kryštalografických rovinách.....</i> | 92 |
| <i>Tab. 27 Indentačná tvrdosť H_{IT} a index plasticity ω_{plast} mikroštruktúrnych komponentov pri rôznej skutočnej deformácii ψ; $F_{max} = 5$ mN (XSG), (HR 45) [87]</i> | 94 |
| <i>Tab. 28 Počet zŕn N_z, z ktorých bola hodnotená závislosť mechanických vlastností komponentov od skutočnej pozdĺžnej deformácie</i> | 94 |
| <i>Tab. 29 Vplyv jednotlivých faktorov na indentačnú tvrdosť H_{IT} [%]</i> | 96 |

| | |
|--|-----|
| <i>Tab. 30 Vplyv vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov x na podmienky mriežkovej metódy v materiáli s pretiahlymi zrnami [88].....</i> | 98 |
| <i>Tab. 31 Vplyv vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov x na podmienky mriežkovej metódy v materiáli s rovnoosými zrnami [88].....</i> | 98 |
| <i>Tab. 32 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) globálne mechanické vlastnosti. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaných z mikroštruktúrnych komponentov s ignorovaným hraníc zrn [85].....</i> | 101 |
| <i>Tab. 33 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) globálne mechanické vlastnosti. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaných z mikroštruktúrnych komponentov s uvažovaním hraníc zrn [84].....</i> | 103 |
| <i>Tab. 34 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) globálne mechanické vlastnosti (XSG). Model globálnych mechanických vlastností vypočítaných z mikroštruktúrnych komponentov s čiastočným uvažovaním hraníc zrn [83].....</i> | 104 |
| <i>Tab. 35 Vplyv orientácie feritického zrna na globálnu tvrdosť feritu podľa jednotlivých modelov (rovnice (39), (43), (44))</i> | 105 |
| <i>Tab. 36 Vplyv orientácie feritického zrna na globálny index plasticity ω_{plast} feritu (rovnice (39), (43), (44)).....</i> | 106 |
| <i>Tab. 37 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) tvrdosti H_{IT} ocelí. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaných pomocou rôznych modelov (model (1) – (3)) vplyvu orientácie feritického zrna na globálnu tvrdosť H_{IT}.....</i> | 107 |
| <i>Tab. 38 Bulk (nameraný) a modelovaný (vypočítaný) index plasticity ω_{plast} ocelí. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaných pomocou rôznych modelov (model (1) – (3)) vplyvu orientácie feritického zrna na globálny index plasticity ω_{plast}</i> | 107 |

Zoznam symbolov a skratiek

| | |
|-----------------|---|
| A | empiricky stanovený kalibračný parameter |
| A_c | pozorovaná plocha vtlačku |
| A_d | predpokladaná plocha vtlačku |
| A_p | predpokladaná kontaktná plocha indentora so vzorkou |
| A_f | finálna plocha vtlačku po odľahčení |
| A_k | kontaktná plocha indentora so vzorkou |
| $A_p(h_c)$ | priemet plochy kontaktu indentora so vzorkou vo vzdialenosti h_c od hrotu indentora |
| A_{PU} | kontaktná plocha indentora so vzorkou vzhľadom k pile-up |
| $A_{O\&P}$ | kontaktná plocha indentora so vzorkou vypočítaná pomocou metódy Oliver & Pharr |
| $A_s(h)$ | plocha povrchu indentora vo vzdialenosti h od jeho hrotu |
| A_{80} | ťažnosť |
| a | polomer kontaktu indentora s povrchom vzorky |
| a_i | kontaktná šírka vtlačku s pile-upom |
| B | empiricky stanovený kalibračný parameter |
| b | Burgersov vektor |
| C_{IT} | creepový parameter |
| D | charakteristická veľkosť komponenty |
| d | stredná uhlopriečka vtlačku |
| E | modul pružnosti materiálu |
| E_i | modul pružnosti materiálu indentora |
| E_{IT} | indentačný modul pružnosti |
| $E_{IT}^{O\&P}$ | modul pružnosti vypočítaný pomocou metódy Oliver & Pharr |
| E_r | redukovaný modul pružnosti |
| E_{real} | skutočná hodnota indentačného modulu pružnosti bez vplyvu pile-upu |
| F | aplikovaná skúšobná sila |
| F_{max} | maximálna skúšobná sila |
| f_m | objemový podiel martenzitu |
| G | modul pružnosti v šmyku |
| H_{IT} | indentačná tvrdosť |

| | |
|------------------|--|
| $H_{IT}^{O\&P}$ | indentačná tvrdosť vypočítaná pomocou metódy Oliver&Pharr |
| H_{real} | skutočná hodnota indentačnej tvrdosti bez vplyvu pile-upu |
| H_0 | tvrdosť, ktorá by vyplynula zo štatisticky uložených dislokácií bez geometricky nutných dislokácií |
| h | hlĺbka vtlačku pod aplikovanou skúšobnou silou |
| h_b | otupenie hrotu indentora |
| h_c | kontaktná hlĺbka indentora so vzorkou pri sile F_{max} |
| $h_{c\ pile-up}$ | kontaktná hlĺbka indentora so vzorkou spolu s výškou pile-upu |
| h_f | trvalá hlĺbka vtlačku po odľahčení |
| h_{max} | hlĺbka vtlačku pri maximálnom zaťažení |
| $h_{pile-up}$ | výška pile-upu |
| h^* | materiálová dĺžka, ktorá charakterizuje závislosť tvrdosti od hlĺbky vtlačku |
| L | charakteristická veľkosť indentačnej matice |
| l | šírka vtlačku |
| m | smernica zaťažujúcej vetvy indentačnej krivky |
| N_z | počet zrn |
| n | exponent deformačného spevnenia |
| P | vlastnosť komponentu |
| R | polomer guľôčkového indentora |
| R_a | stredná aritmetická odchýlka profilu povrchu vzorky |
| R_e | medza klzu |
| R_{IT} | relaxačný parameter |
| R_m | medza pevnosti |
| $R_{p0,2}$ | zmluvná medza klzu |
| R_z | polomer zaoblenia hrotu indentora |
| r_H | koeficient pre indentačnú tvrdosť |
| r_E | koeficient pre indentačný modul |
| S | kontaktná tuhosť |
| S_{real} | plocha prierezu skúšobnej tyče po roztrhnutí v mieste merania skutočnej deformácie |
| S_0 | plocha pôvodného prierezu skúšobnej tyče |
| t | hrúbka oceľového plechu |
| V | objemový podiel komponentu |

| | |
|-------------------------|---|
| V_{real} | objemový podiel jednotlivých kryštalografických rovín |
| W_{elast} | elastická deformačná práca |
| W_{plast} | plastická deformačná práca |
| W_{total} | celková mechanická práca |
| X | modelovací parameter |
| x | vzdialenosť medzi stredmi vtlačkov |
| Z | empiricky stanovený kalibračný parameter |
| α | ekvivalentný uhol kužeľa |
| α_k | konštanta |
| β | uhol medzi povrchom indentora a povrchom vzorky |
| Δh_b | elastický ohyb povrchu vzorky pri indentácii |
| ε | pomerná deformácia |
| θ | stredový čelný uhol indentoru |
| μ | elastický tvarový faktor |
| ν_i | Poissonovo číslo materiálu indentora |
| ν_p | Poissonovo číslo skúšaného materiálu |
| ξ | konštanta |
| ρ_S | hustota štatisticky uložených dislokácií |
| σ | normálové napätie |
| Ψ | skutočná pozdĺžna deformácia |
| ω_{elast} | index elasticity |
| ω_{plast} | index plasticity |
| AFM | atomic force microscopy |
| av | veľkosť vtlačku po odľahčení |
| BHZ | oblasť blízkosti hranice zrna |
| CCD | charge-coupled device |
| CSM | continous stiffness measurement |
| DP | dual phase |
| DSI | depth-sensing indentation |
| EBSD | electron backscattered diffraction |
| GND | geometricky nevyhnutné dislokácie |

| | |
|-----------------|---|
| HM | Martensova tvrdosť |
| HM _S | Martensova tvrdosť stanovená zo smernice zaťažujúcej vetvy indentačnej krivky |
| HV | tvrdosť podľa Vickersa |
| HZ | hranica zrna |
| IF | interstitial free |
| IPF | inverse pole figure |
| ISE | indentation size effect |
| ND | normálový smer |
| OPS | koloidná suspenzia SiO ₂ |
| O&P | Oliver&Pharr |
| P(BHZ) | vlastnosť oblasti blízko hranice zrna |
| P(F) | vlastnosť feritu |
| P(HZ) | vlastnosť hranice zrna |
| P(M) | vlastnosť martenzitu |
| RD | smer valcovania |
| REM | rastrovací elektrónový mikroskop |
| RISE | reverzný typ ISE |
| RVE | representative volume element |
| SSD | štatisticky uložené dislokácie |
| TD | priečny smer |
| VZ | vnútro zrna |

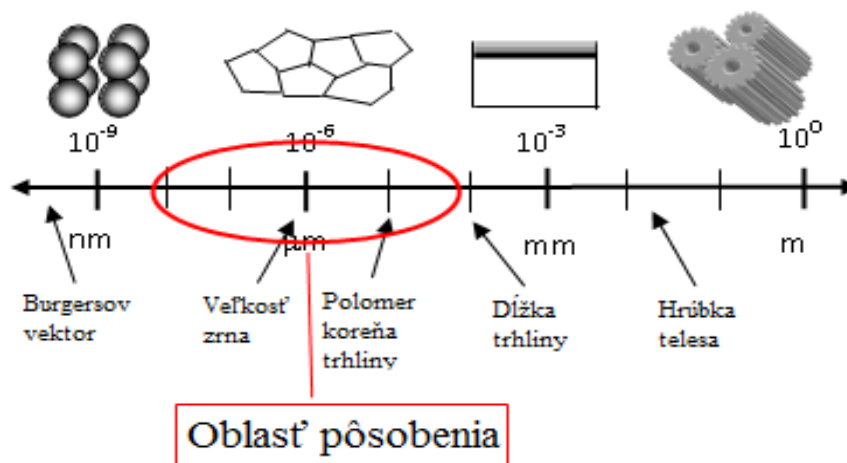
1 Súčasný stav problematiky

1.1 Definovanie malého objemu v materiálovom inžinierstve

Pri charakterizovaní chovania sa materiálov pri zaťažení je dôležité stanoviť základný vzťah závislosti medzi napätím σ a deformáciou ε , resp. jeho charakteristické medzné hodnoty, ako je napríklad lom, dosiahnutie určitej napäťovej medze (pružnosti, klzu, pevnosti a pod.), alebo dosiahnutie istého medzného deformačného stavu [1]. Výber metódy a spôsob merania mechanických vlastností závisí od veľkosti skúmaného objektu. V inžinierskej praxi je zaužívané rozdelenie skúmaných objektov do oblastí podľa rozmerov, Obr. 1 [2]:

1. Makro – oblasť charakterizujú všetky veci bežnej spotreby vyrobené človekom – stroje, zariadenia, ktorých rozmer je v jednotkách mm až m. Pre analýzu mechanických vlastností materiálov súčiastok v tejto oblasti sa vyrábajú vzorky s rozmerom rádovo v cm.
2. Mikro – pre túto oblasť sú charakteristické rozmery μm . Mikročipy a mikro – elektro – mechanické zariadenia sú typickými predstaviteľmi tejto oblasti.
3. Nano – zaraďujeme sem tenké povlaky a nanomateriály. Napr. multivrstvový CrCoC povlak používaný ako magnetické médium harddiskov má celkovú hrúbku 40 nm, avšak vrchný ochranný DLC povlak má 7,5 nm, čo predstavuje iba ≈ 25 atómových rovín.

V práci budeme pod pojmom lokálne mechanické vlastnosti rozumieť vlastnosti vzťahujúce sa na oblasť veľkosti zrna, Obr. 1 a globálne (bulk) mechanické vlastnosti sú vlastnosti vzťahujúce sa na oblasť viacerých zrn.



Obr. 1 Definícia malého objemu [2]

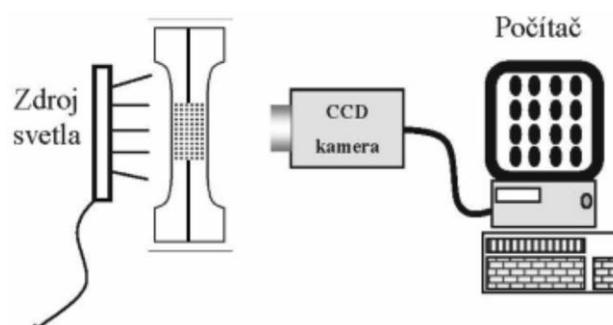
1.2 Skúšobné metódy pre charakterizovanie lokálnych mechanických vlastností

V oblasti makroobjemu je celý rád normovaných alebo aj špeciálnych skúšok a postupov, ale tieto skúšobné zariadenia nie sú vhodné na meranie vlastností v malých objemoch, pretože metódy merania lokálnych mechanických vlastností musia byť vybavené zariadeniami na meranie s vysokým rozlíšením. Okrem toho, materiálové vlastnosti namerané na objemnom materiáli (bulk) sa nedajú jednoducho preniesť do malých rozmerov bez obmedzenia, pretože namerané mechanické vlastnosti závisia od rozmerov vzoriek [3, 4].

Rozdelenie skúšobných metód pre charakterizovanie lokálnych mechanických vlastností materiálu môže byť [3]:

1) Statické:

- a) Ťahové skúšky v mikroobjeme – cieľom je získať elastické a plastické vlastnosti materiálu. Patrí sem videoextenzometria. Je to bezkontaktná metóda, ktorej princípom je snímanie obrazu pomocou CCD (Charge-Coupled Device) snímača z povrchu skúšobného telesa, Obr. 2. Tento systém bol vyvinutý za účelom snímania deformácií na povrchu vzorky pri statickej skúške jednoosovým ťahom. Princípom metódy je to, že ťahové teleso je osvetlené nebodovým zdrojom svetla a v snímanej oblasti sú vhodne nanosené kontrastné body (čierne body na svetlom povrchu), ktoré sa kontinuálnym snímaním v čase a zaznamenávaním súradníc ťažísk týchto bodov vyhodnocujú deformácie medzi jednotlivými bodmi pomocou príslušného softwaru [5]. Videoextenzometriou vieme získať nasledujúce mechanické charakteristiky materiálu: začiatok plastickej deformácie – medzu pružnosti, časové priebehy deformácií (monitoring kinetiky deformácií), 2D deformačné mapy, gradienty deformácií v geometrických miestach (vruby) [6].



Obr. 2 Princíp videoextenzometrie [5]

- b) Tlakové skúšky v mikroobjeme – používajú sa predovšetkým na štúdium plasticity a mechanizmov, ktoré sú zodpovedné za vyššiu pevnosť a pružnosť materiálov v malých objemoch.
- c) Ohybové skúšky v mikroobjeme – ohybové skúšky sú výhodnejšie oproti tlakovým skúškam, pretože vyžadujú menšie zaťaženie a posuny vzorky pri skúške sú menšie. Hlavnou nevýhodou ohybovej skúšky oproti tlakovej skúške je, že môžeme merať menší počet vlastností, akými sú napr. elastické konštanty (Poissonovo číslo, modul pružnosti). Zaradujeme sem osovo súmernú ohybovú skúšku, M-skúšku, membránovú ohybovú skúšku.
- d) Torzné skúšky v mikroobjeme.
- e) Indentačné skúšky – podľa použitého zaťaženia a hĺbky vtlačkov rozlišujeme na:
- Makro $2\text{ N} \leq F \leq 30\,000\text{ N}$.
 - Mikro $2\text{ N} > F, h < 0,0002\text{ mm}$.
 - Nano $h \leq 0,0002\text{ mm}$.

Konvenčné testy tvrdosti (skúšky podľa Brinella, Knoop, Vickersa, Rockwella) nie sú vhodné na meranie lokálnych mechanických vlastností, pretože hĺbky vtlačkov sa pohybujú v milimetroch (10^{-3} m). V prípade inštrumentovanej indentačnej metódy sa hĺbka vtlačkov pohybuje v rozmedzí nanometrov. Táto hĺbka vtlačku je vhodná na meranie lokálnych mechanických vlastností [7, 8].

2) Dynamické:

- a) Únavové skúšky.
- b) Rezonančné skúšky.

Medzi najpoužívanejšie metódy merania lokálnych mechanických vlastností patria statická skúška v ťahu a v ohybe v mikroobjeme, ako aj indentačné skúšky. Statické skúšky v ťahu a v ohybe v mikroobjeme sú lokálne porovnateľné s inštrumentovanou indentačnou metódou. Výhodou statickej skúšky v ťahu je, že umožňuje priame porovnania s meraniami v makroobjeme. Nevýhodou statických skúšok v ťahu a v ohybe v mikroobjeme je, že zasiahnu relatívne „veľký objem“ a je náročné pripraviť vzorky na tieto skúšky. Metóda inštrumentovanej tvrdosti má oproti statickej skúške v ťahu nevýhodu v tom, že vie pracovať iba v takých stavoch napätosti, kde vplyvom tlaku dochádza k lomovému správaniu sa materiálu. Všetky spomenuté

metódy sa navzájom dopĺňajú a prostredníctvom kombinácie skúšobných metód získame plnohodnotné charakteristiky mechanických vlastností malých objemov [2].

V náväznosti na už existujúce práce v oblasti lokalizácie mechanických vlastností a v neposlednej miere dostupnosti prístrojov, budeme používať pre stanovenie lokálnych mechanických vlastností inštrumentovanú indentačnú metódu.

1.3 Inštrumentovaná indentačná metóda

1.3.1 Charakteristika inštrumentovanej indentačnej metódy (Depth Sensing Indentation – DSI)

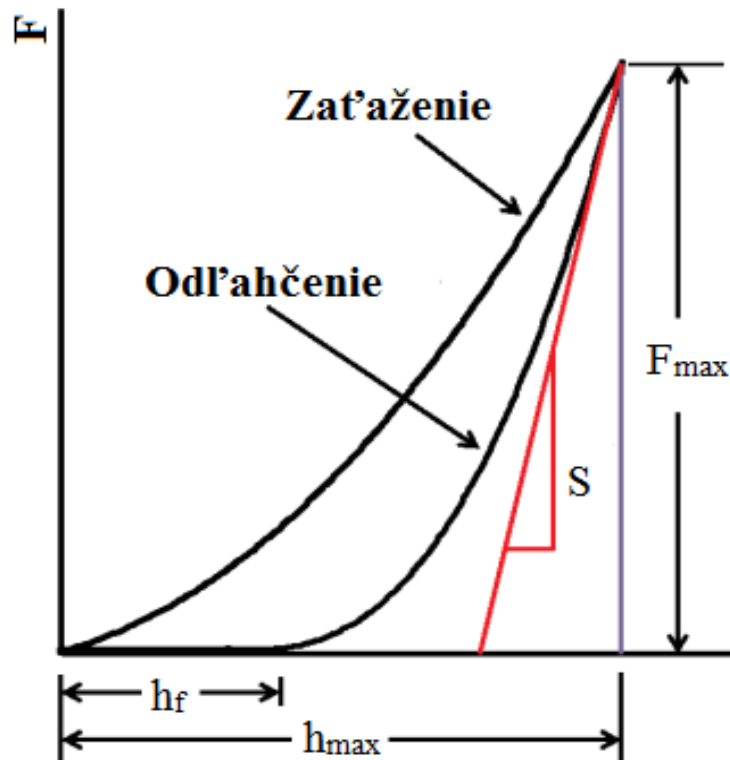
Inštrumentovaná indentačná metóda je známa ako hĺbkovo citlivá indentácia, nanoindentácia, indentácia s kontinuálnym zaznamenávaním, indentácia s extrémne nízkym zaťažením.

DSI je založená na vtlačovaní hrotu do materiálu, pri ktorom sa kontinuálne meria aplikovaná skúšobná sila F v závislosti od hĺbky vtlačku h v priebehu merania, pričom získame závislosť $F - h$, ktorá sa nazýva indentačná krivka, Obr. 3. Indentačná krivka má obvykle svoju zaťažujúcu a odľahčujúcu vetvu. Použitá sila sa pohybuje v rozmedzí mili až mikronewtonov a bežne dosahované hĺbky pri týchto silách sú v rozmedzí nanometrov. Hlavnou výhodou oproti konvenčným metódam je, že materiálové vlastnosti sú získané z malého objemu materiálu (rádovo desiatky nanometrov až mikrometrov) a používa sa na meranie mechanických vlastností tenkých vrstiev, precipitátov a pod.. Ďalšou výhodou je, že indentačné dáta získané DSI obsahujú množstvo informácií, z ktorých priamo môžeme vypočítať nasledujúce materiálové parametre [7, 8, 9]:

1. Tvrdosť: indentačná H_{IT} , Martensova HM .
2. Indentačný modul pružnosti: E_{IT} .
3. Indentačná deformačná práca: celková W_{total} , elastická W_{elast} , plastická W_{plast} .
4. Relaxačný parameter: R_{IT} .
5. Creepový parameter: C_{IT} .

Ďalším spracovaním údajov získaných z indentačnej krivky cez rôzne modely môžeme tiež určiť ďalšie materiálové parametre [7, 8, 9]:

1. Medza klzu, medza pevnosti.
2. Lomová húževnatosť.
3. Únavové vlastnosti.



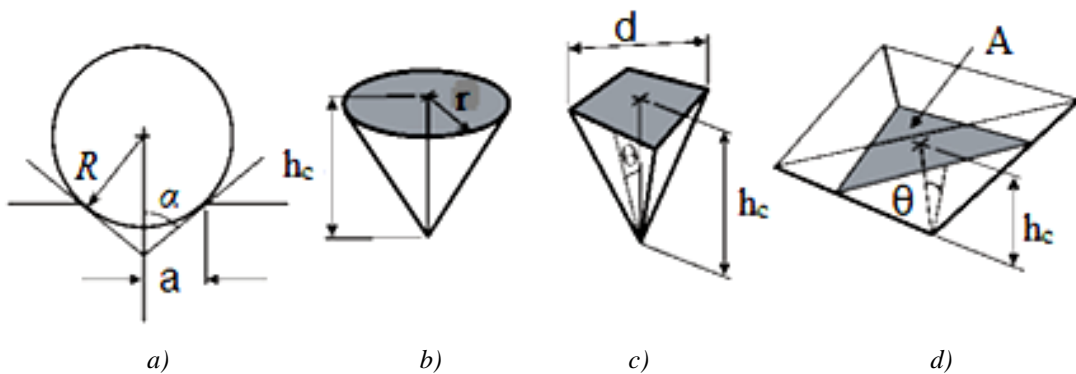
Obr. 3 Indentačná krivka [9]

1.3.2 Indentory (hroty)

Indentory sa zvyčajne vyrábajú z diamantu, ale pre testovanie mäkkých materiálov sa indentory vyrábajú z karbidu volfrámu alebo z kalenej ocele [10].

1. Gul'ôčkový indentor – sa od „ostrého“ indentora odlišuje v spôsobe, akým sa napätie vyvíja v priebehu indentácie. Pri gul'ôčkovom indentore je kontaktná plocha spočiatku malá a vzniká iba pružná deformácia. Ak indentor zatlačíme do povrchu, dochádza k zmene elastickej deformácie na plastickú deformáciu. Tento prechod môžeme teoreticky použiť na meranie poddajnosti, spevňovania a taktiež k získaniu krivky napätie-deformácia z údajov, ktoré získame v jedinom teste DSI. Charakteristické napätia a deformácie sa zvyšujú s indentačnou hĺbkou, čím možno určiť od deformácie závislé vlastnosti, akou je napríklad deformácia spevňujúcich sa kovov, Obr. 4 a) [11, 12].

2. Kužeľový indentor so sférickým hrotom – výhodou kužeľového indentora je, že nevznikajú komplikácie, ktoré sú spojené s koncentráciou napätia na ostrých hranách vtlačku ako v prípade Vickersovho indentora a pod., Obr. 4 b) [11, 12].
3. Pyramídové indentory – patrí sem Vickersov a Berkovichov indentor, Obr. 4 c), d). Berkovichov indentor má geometriu trojstrannej pyramídy, ktorá má rovnaký pomer hĺbky k ploche indentácie, ako má štvorstranný Vickersov indentor, ktorý sa zvyčajne používa na meranie mikrotvrdości, Tab. 1. Použitie Berkovichovho indentora je častejšie v porovnaní s Vickersovým indentorom, pretože trojstranná pyramída sa môže ľahšie zbrúsiť do jedného bodu. Z toho dôvodu, Berkovichov indentor má veľmi podobnú geometriu pri všetkých indentačných hĺbkach [9]. Pyramídové indentory spôsobujú vysokú koncentráciu napätia na hrote, čo spôsobuje vysokú plastickú deformáciu okolo 8 % [12], ako aj iné nevratné zmeny materiálu už na začiatku zaťaženia. Deformácia závisí od uhla hrotu indentora, ale nezávisí od hĺbky indentácie. Preto sú vhodné na meranie vlastností materiálu v jednotlivých hĺbkach [11, 12].
4. Roh kocky – trojstranná pyramída, ktorá má vzájomne kolmé plochy. Ostrejší uhol čela hrotu indentora vytvára oveľa väčšie napätie a deformácie v oblasti kontaktu (okolo 18 %), ktoré sa napríklad používajú na vytváranie veľmi malých, dobre definovaných trhlín okolo vtlačku u krehkých materiálov, ktoré sa používajú k odhadu lomovej húževnatosti materiálu pri relatívne malých zaťaženiach. Vznik trhlín pri meraní následne ovplyvňuje namerané mechanické vlastnosti [11, 12].



Obr. 4 Geometrické parametre indentorov [11]

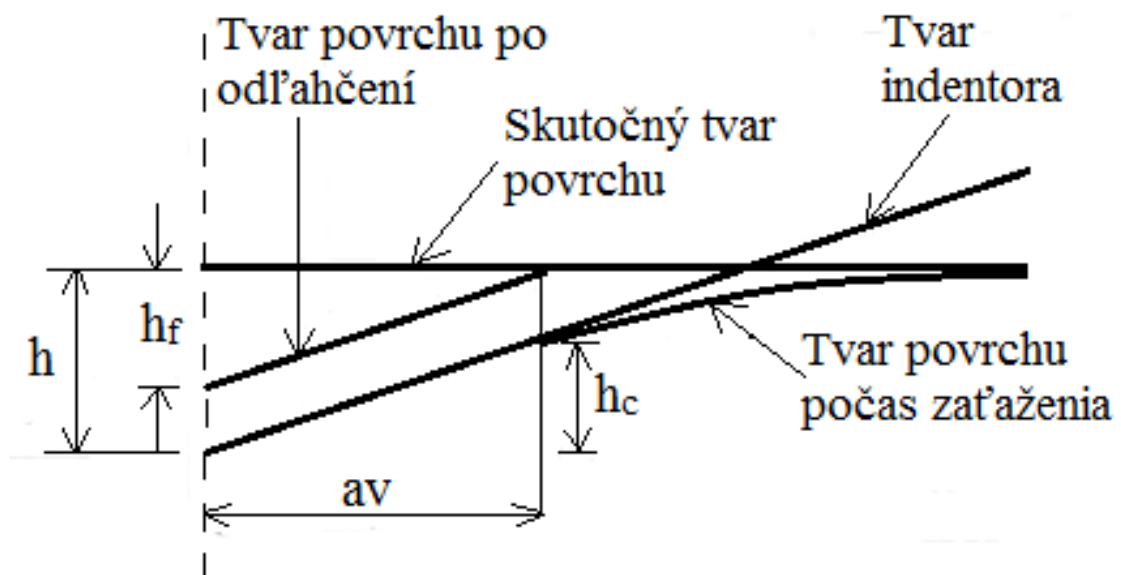
a) guľôčkový, b) kužeľový so sférickým hrotom, c) Vickersov, d) Berkovichov
(jednotlivé indentory nie sú v rovnakej mierke)

Tab. 1 Nominálne geometrické vzťahy vybraných indentorov [10, 11, 12]

| Parameter | Guľôčkový | Vickersov | Berkovichov | Roh kocky |
|--|----------------|---------------|--------------|-------------|
| Stredový čelný uhol θ | N/A | 68° | 65,27° | 35,26° |
| Ekvivalentný uhol kužela α | N/A | 70,299 | 70,32 | 42,278 |
| Predpokladaná plocha A_d | $2\pi R_i h_c$ | $24,504h_c^2$ | $24,5h_c^2$ | $2,60h_c^2$ |
| Vzťah objem – hĺbka $V(d)$ | - | $8,1681 h^3$ | $8,1873 h^3$ | |
| Predpokladaná plocha A_d / finálna plocha A_f | - | 0,927 | 0,908 | 0,5774 |

1.3.3 Všeobecný postup indentačného procesu

Na Obr. 5 je znázornená schéma indentačného procesu pre osovo súmerný indentor ľubovoľnej geometrie. Ak je indentor vtlačený do materiálu, prebiehajú elastické a plastické deformačné procesy, ktoré zvyšujú odolnosť proti vnikaniu indentora určitého tvaru do hĺbky h_c . Vzhľadom k tomu, že sa vtláčok po odľahčení v dôsledku elastickej deformácie uzavrie, z toho môžeme oddeliť elastické a plastické vlastnosti materiálu [14].



Obr. 5 Schematické znázornenie prierezu vtláčku pri indentačii [14]

(h – hĺbka vtláčku pri aplikovaní skúšobnej sily, h_c – kontaktná hĺbka je hĺbka odpovedajúca kontaktu indentora so vzorkou pri sile F_{max} , h_f – trvalá hĺbka vtláčku po odľahčení [8, 14, 15])

1.3.4 Analýza nameraných indentačných dát

Základná analýza indentačných dát je založená na elastickej kontaktnej teórii podľa Hertza. Najčastejšie sa používa analýza podľa Oliver & Pharr (O&P) a Field & Swain. Pre stanovenie základných mechanických charakteristík materiálov je nutné určiť kontaktnú plochu medzi indentorom a skúšaným materiálom. Kontaktná plocha sa môže určiť na základe geometrie indentora a kontaktnej hĺbky h_c prostredníctvom funkcie plochy indentora. Analýza podľa Field & Swain sa používa pre guľôčkový indentor a kontaktná plocha sa určuje z dvoch bodov krivky odľahčenia. Analýza podľa Oliver & Pharr určuje kontaktnú plochu podľa sklonu krivky odľahčenia [16, 17].

Hlavnou nevýhodou Oliver & Pharr metódy je to, že musí byť kalibrovaný veľký počet parametrov. Preto bola vyvinutá Thurn & Cooková metóda, ktorá je založená na predpoklade, že profil hrotu indentora je harmonický priemer kúžeľovej špičky [18].

1.3.5 Výpočet základných charakteristík podľa metódy Oliver & Pharr

1.3.5.1 Indentačná a Martensova tvrdosť

Indentačná tvrdosť H_{IT} a Martensova tvrdosť HM sa počítajú podľa vzťahu (1), resp. podľa vzťahu (2) a to [8, 19]:

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)} \quad , \quad (1)$$

$$HM = \frac{F_{max}}{A_s(h)} \quad , \quad (2)$$

kde F_{max} predstavuje maximálne skúšobné zaťaženie, $A_p(h_c)$ je priemet plochy kontaktu indentora so vzorkou vo vzdialenosti h_c od hrotu indentora a $A_s(h)$ je plocha povrchu indentora vo vzdialenosti h od jeho hrotu [10, 15].

Martensova tvrdosť je definovaná iba pre pyramídové indentory a od indentačnej tvrdosti sa odlišuje:

1. Martensova tvrdosť sa počíta pomocou indentačnej hĺbky h a nie pomocou kontaktnej hĺbky h_c , ako je to v prípade indentačnej tvrdosti. Vzhľadom k tomu, že sa používa indentačná hĺbka, Martensova tvrdosť zahŕňa elastickej aj plastickej odozvy skúšaného materiálu. Indentačná tvrdosť naopak predstavuje len plastickej odozvy skúšaného materiálu.

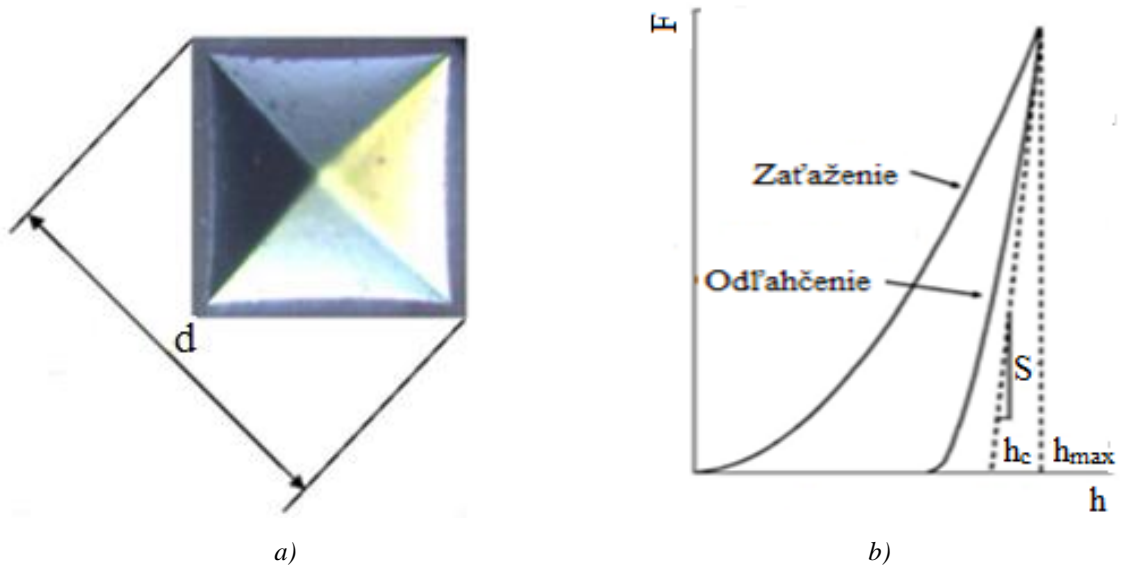
2. Plocha, ktorá sa používa pre výpočet Martensovej tvrdosti je plocha povrchu indentora, nie je to plocha premietanej oblasti ako v prípade indentačnej tvrdosti.

Martensova tvrdosť sa môže vypočítať aj zo smernice zaťažujúcej vetvy indentačnej krivky – HM_s . Pre homogénne materiály, najmä pre hodnoty zaťaženia medzi 50 – 90 % F_{max} , platí $h = mF^{1/2}$. Smernica m sa určí lineárnou regresiou a Martensova tvrdosť HM_s je definovaná ako [16]:

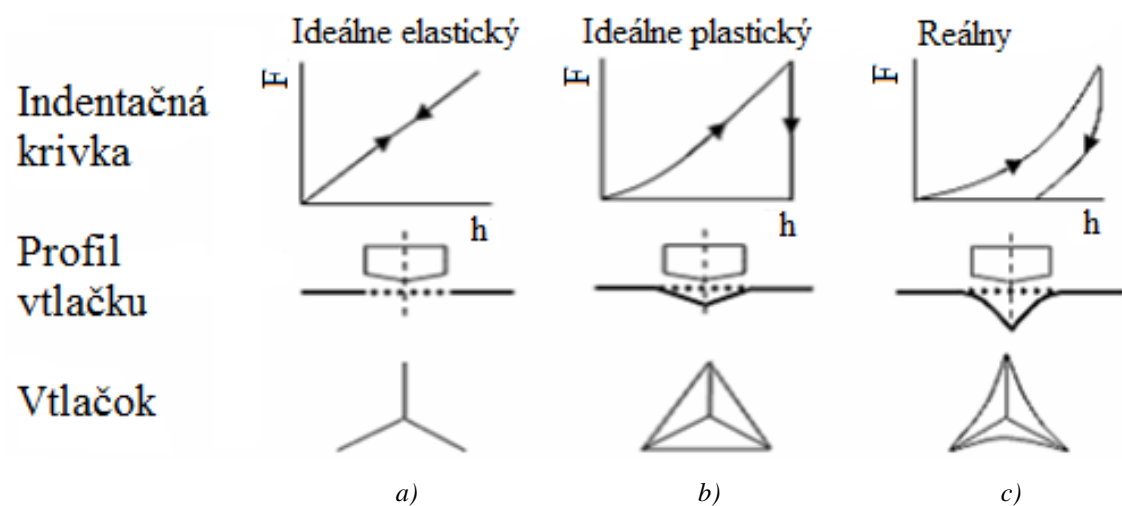
$$HM_s = \frac{1}{m^2 f} , \quad (3)$$

kde m je smernica, $f = 26,43$ (Vickersov indentor), $f = 26,44$ (Berkovichov indentor). U materiálov, kde tvrdosť je závislá od indentačnej hĺbky, budú hodnoty HM a HM_s rozdielne [15].

Konvenčné testy tvrdosti zahŕňajú meranie veľkosti zvyškového vtláčku na vzorke ako funkciu indentačného zaťaženia. Pri meraní DSI sú vtláčky často veľmi malé a opticky sa nedajú spoľahlivo merať ich rozmery, preto sa indentačná tvrdosť meria iným spôsobom. Veľkosť kontaktnej plochy sa určí ako funkcia hĺbky, z ktorej sa potom pomocou indentačného zaťaženia F určí indentačná tvrdosť, Obr. 6. Tieto dva spôsoby merania tvrdosti dávajú podobné hodnoty, keď plastické deformácie sú riadiacim procesom, čo vytvára dojem, že tvrdosť je tvorená plastickou deformáciou. Tieto dva spôsoby merania tvrdosti dávajú veľmi odlišné hodnoty tvrdosti najmä vtedy, keď je kontakt prevažne elastický (Obr. 7 a)), pretože pri čistom elastickom kontakte, kde je zostatková kontaktná plocha extrémne malá, dostaneme nekonečnú tvrdosť podľa tradičnej definície tvrdosti. Tento rozdiel je obzvlášť dôležitý pri indentácii so sférickým indentorom, kde sa často stretávame s čisto elastickým kontaktom a pri indentácii s ostrým indentorom pri meraní tvrdosti vo veľmi malých indentačných hĺbkach, kde zaokrúhlený hrot indentora môže spôsobiť prevažne elastický kontakt. Z toho dôvodu, tradičná definícia tvrdosti prináša vyššie hodnoty tvrdosti, ako sú hodnoty získané z rovnice (1) (pozri str. 25) [10].



Obr. 6 Porovnanie jednotlivých metód merania tvrdosti [20]
a) konvenčnej podľa Vickersa, b) inštrumentovanej indentačnej



Obr. 7 Závislosť indentačných kriviek a vtlačkov od charakteru materiálu [20]

1.3.5.2 Indentačný modul

Indentačný modul E_{IT} sa určuje zo sklonu odľahčujúcej vetvy indentačnej krivky podľa vzťahu (4):

$$E_{IT} = \frac{1-(\nu_p)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-(\nu_i)^2}{E_i}}, \quad (4)$$

kde ν_p – Poissonovo číslo skúšaného materiálu, ν_i – Poissonovo číslo materiálu indentora (diamant $\nu_i = 0,07$), E_i – modul pružnosti materiálu indentora (diamant $E_i = 1140$ GPa), E_r – redukovaný modul.

Redukovaný modul E_r podľa rovnice (4) zodpovedá skutočnosti, pretože elastické deformácie sa vyskytujú v indentore, ale aj vo vzorke. Redukovaný modul E_r sa vypočíta pomocou vzťahu (5) [8, 14, 15]:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C \sqrt{A_p(h_c)}} , \quad (5)$$

$$C = \frac{dh}{dF} , \quad (6)$$

kde $A_p(h_c)$ predstavuje priemet plochy kontaktu indentora so vzorkou vo vzdialenosti h_c od hrotu indentora.

1.3.5.3 Indentačná deformačná práca

Integrálom indentačnej krivky môžeme vypočítať indentačnú prácu. Plocha pod zaťažujúcou vetvou krivky predstavuje celkovú prácu W_{total} , ktorá sa skladá z elastickej a plastickej práce. Plocha pod odľahčujúcou vetvou krivky predstavuje elastickú prácu W_{elast} . Je to energia, ktorá sa uvoľní počas odľahčenia. Analogicky, plocha medzi jednotlivými vetvami indentačnej krivky predstavuje plastickejšiu prácu W_{plast} , ktorá charakterizuje energiu, ktorá sa uložila do plastickej deformácie materiálu počas indentácie a energiu zvyškových napätí okolo vtlačku [9, 18, 21].

Indentačnú prácu môžeme použiť pre charakterizáciu plastickej vlastnosti materiálu. Vzhľadom k tomu, že indentačná práca závisí od zaťaženia indentora, lepšie je použiť normalizované množstvo práce, ako je index plasticity ω_{plast} alebo index pružnosti ω_{elast} [21]:

$$\omega_{plast} = \frac{W_{plast}}{W_{total}} , \quad (7)$$

$$\omega_{elast} = \frac{W_{elast}}{W_{total}} = 1 - \omega_{plast} . \quad (8)$$

Pre homogénne materiály a ostré indentory, indentačné krivky pre rôzne nominálne zaťaženia sú podobné, takže index plasticity a index pružnosti nezávisia od zaťaženia, preto ich môžeme použiť ako materiálové charakteristiky [21].

1.3.5.4 Stanovenie kontaktnej tuhosti a kontaktnej plochy

Z rovníc (1) a (4) (pozri str. 25, 27) je zjavné, že pre výpočet indentačnej tvrdosti a indentačného modulu musíme presne zmerať tuhosť pružného kontaktu S a

predpokladanú kontaktnú plochu $A(h_c)$ pri zaťažení. Stanovenie kontaktnej plochy začína úpravou indentačnej krivky a to konkrétne vetvy zaťaženia:

$$F = BA(h - h_f)^Z \quad , \quad (9)$$

kde B , A , Z – empiricky stanovené kalibračné parametre, h_f – konečná hĺbka vtlačku po odľahčení, ktorá sa určuje z kalibračnej krivky. Kontaktná tuhosť S je určená analyticky pomocou rovnice (9) a hodnotením výslednej maximálnej hĺbky indentácie $h = h_{\max}$ čo je:

$$S = \left(\frac{dF}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = BZ(h_{\max} - h_f)^{Z-1} \quad . \quad (10)$$

Kontaktná hĺbka h_c je pre elastickú deformáciu menšia, ako je celková hĺbka indentácie h_{\max} . Kontaktná hĺbka h_c sa odhaduje pomocou vzťahu:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon_k \frac{F}{S} \quad , \quad (11)$$

kde ε_k – konštanta, ktorá je závislá od geometrií indentora. Rovnica (11) je odvodená z elastickej kontaktnej analýzy, ktorá udáva, že pre guľôčkový indentor $\varepsilon_k = 0,75$ a $h_c/h = 0,5$ a pre pyramídový indentor $\varepsilon_k = 0,72$ a $h_c/h = 2/\pi$. Rovnica (11) nepredpokladá vznik pile-upu. Ako posledný krok analýzy je výpočet kontaktnej plochy, ktorá sa vyhodnocuje na základe empiricky stanovenej indentačnej oblasti ako funkcia kontaktnej hĺbky h_c :

$$A = f(h_c) \quad . \quad (12)$$

Pre ideálny Berkovichov indentor vypočítame kontaktnú plochu podľa rovnice [14]:

$$A = 24,56h_c^2 \quad . \quad (13)$$

1.3.5.5 Medza klzu a diagram napätie-deformácia stanovená pomocou DSI

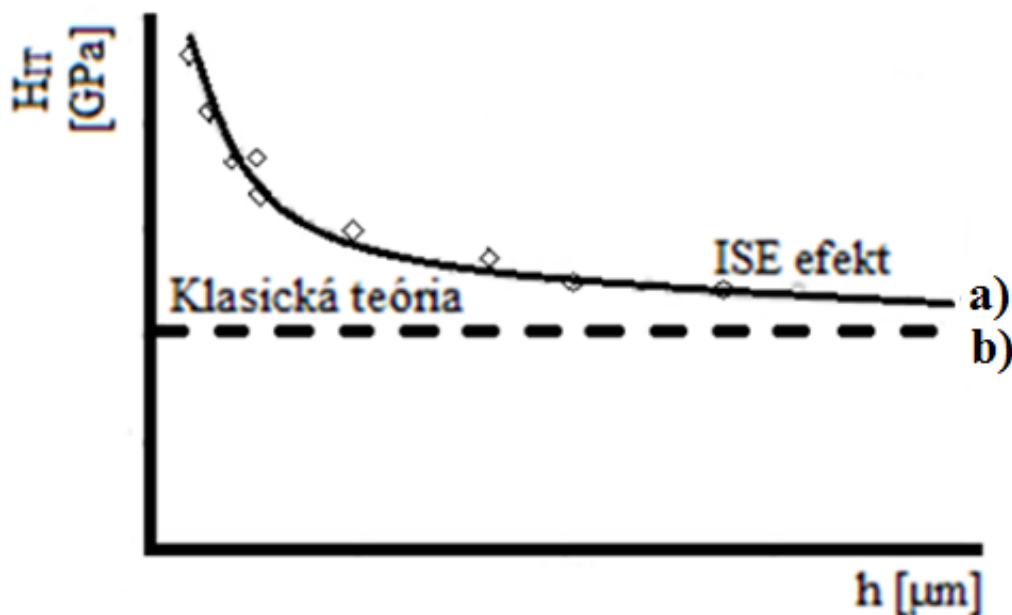
Pomocou DSI môžeme merať aj ťahové vlastnosti materiálu. Je to nedeštruktívna metóda, pomocou ktorej môžeme merať pevnosť po celú dobu životnosti výrobku a nie je potrebná špeciálna úprava vzorky, ako je to v prípade tradičných ťahových skúšok. Hlavné rozdiely stanovenia ťahových vlastnosti materiálu medzi jednoosovou ťahovou skúškou a DSI [1, 21]:

1. Pri skúške DSI sa skúša len malý objem materiálu na jeho povrchu, pričom pri jednoosovej ťahovej skúške sa merajú priemerné vlastnosti celého skúšaného prierezu.
2. Rozdiel v procese plastickej deformácie a porušenia vyplýva z rozdielného stavu napätosti. Pri ťahovej skúške je jednoosový ťah, zatiaľ čo pri vtláčaní indentora je zložitá tlaková namáhanie. Tento rozdiel sa prejaví najmä vtedy, keď sa skúšaný materiál pri ťahovej skúške poruší medzikryštalickým lomom bez predchádzajúcej viditeľnej plastickej deformácie. Ten istý materiál sa pri vtláčaní guľôčkového indentora javí ako plastický. Namerané hodnoty tvrdosti a pevnosti sa v týchto prípadoch nedajú porovnať.

1.3.6 Faktory ovplyvňujúce DSI

1.3.6.1 Indentation Size Effect (ISE)

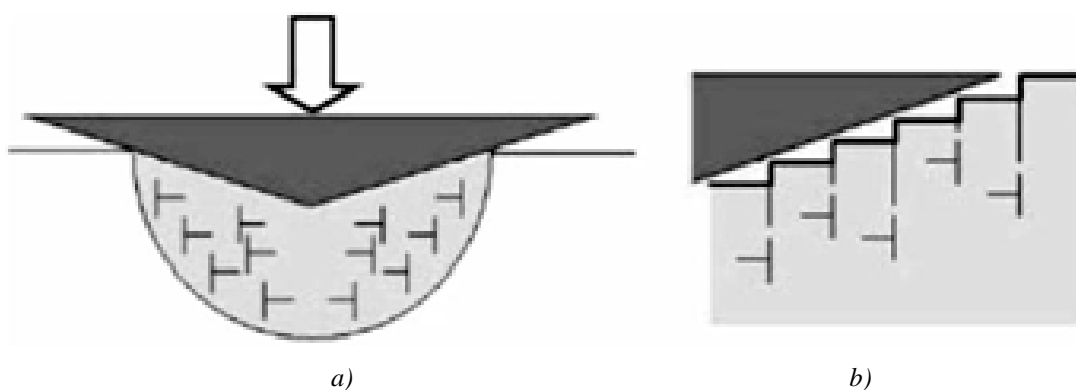
ISE je založený na tom, že hodnoty tvrdosti, ktoré sú namerané DSI závisia od hĺbky indentácie, tvrdosť v malých indentačných hĺbkach je väčšia ako vo väčších indentačných hĺbkach. Efekt sa stáva zreteľnejším, keď je hĺbka indentácie menšia ako 10 μm . Vplyv ISE na meranie nemôže byť vysvetlený pomocou klasickej teórie založenej na analýze dát, pretože hodnoty tvrdosti by mali byť nezávislé od zaťaženia respektíve od indentačnej hĺbky, čiže od ISE, Obr. 8 [22].



Obr. 8 Závislosti indentačnej tvrdosti H_{IT} od indentačnej hĺbky h získaná:
a) pomocou experimentálnych výsledkov, b) klasickej teórie [22]

Základný model, ktorý vysvetľuje ISE, navrhol Taylor, ktorý je založený na gradiente plastickej deformácie vo vlastnej malej lokalizovanej plastickej zóne, pričom tento gradient plastickej deformácie úzko súvisí s nerovnomernou deformáciou. S touto teóriou je spojená vnútorná mierka dĺžky, ktorá sa používa na charakterizáciu ISE pre rôzne materiály a charakterizuje závislosť tvrdosti od hĺbke vtlaku. Zvýšenie tvrdosti v malých hĺbkach indentácie je v dôsledku zvýšenej hustoty dislokácií následkom zvýšenia gradientu deformácie medzi plasticke deformovaným materiálom pod hrotom indentora a okolitým nedeformovaným materiálom [23].

Model gradientu plastickej deformácie môže byť charakterizovaný pomocou štatisticky uložených dislokácií SSD, geometricky nevyhnutných dislokácií GND a ich interakcie. Pričom dislokácie SSD sú dislokácie, ktoré sa pohybujú skrz materiál a zachytávajú sa navzájom náhodným spôsobom. Hustota dislokácií SSD je funkciou celkovej rovnomernej deformácie materiálu, pri ktorom sa nepredpokladá ISE. Dislokácie GND sú dislokácie, ktoré sú potrebné pre kompatibilné deformácie v polykrystalickom materiáli. Inými slovami, potrebné sú na to, aby došlo k zakriveniu kryštálovej mriežky, ktorá vzniká vždy, keď je nerovnomerná plasticke deformácia, pričom dislokácie GND vyplývajú z gradientu plastickej deformácie. Všeobecne môžeme povedať, že dislokácie SSD sa vzťahujú k ekvivalentnej plastickej deformácii a dislokácie GND súvisia s gradientom deformácie. Pri indentácii vznikajú dislokácie GND z dôvodu toho, že materiál vniká do spodných vrstiev materiálu vplyvom pôsobenia indentora, pričom dochádza k ďalšiemu hromadeniu dislokácií, Obr. 9 [22].



Obr. 9 Schéma vzniku GND dislokácií [22]

Taylorov model rozšíril Nix a Gao na základe analýzy geometricky nevyhnutných dislokácií GND v plastickej zóne. Za predpokladu, že indentácia sa vykonáva pomocou tuhého kužeľového indentora, vzniknú slučky geometricky nevyhnutných dislokácií GND s Burgersovým vektorom, ktorý je kolmý k rovine povrchu vzorky.

Deformačný odpor možno odhadnúť podľa Taylorovho vzťahu, ktorý ukázal, že ISE môže byť popísaný ako [24, 25]:

$$\frac{H_{IT}}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}, \quad (14)$$

kde H_0 je tvrdosť, ktorá by vyplynula zo štatisticky uložených dislokácií SSD bez geometricky nevyhnutných dislokácií GND, h^* je charakteristická dĺžka, ktorá charakterizuje závislosť tvrdosti od hĺbky vtlačku:

$$H_0 = 3\sqrt{3}\alpha_k\mu b\sqrt{\rho_s}, \quad (15)$$

$$h^* = \frac{81}{2}b\xi^2\tan^2\beta\left[\frac{G}{H_0}\right]^2, \quad (16)$$

kde α_k – konštanta, μ – elastický tvarový faktor, ξ – konštanta, β – uhol medzi povrchom indentora a povrchom vzorky, G – modul pružnosti v šmyku, b – Burgersov vektor, ρ_s – hustota štatisticky uložených dislokácií. Vplyv ISE je možné predvídať podľa rovnice (14). Keď je hĺbka h oveľa väčšia ako h^* , pomer h^*/h je malý a zanedbateľný, potom tvrdosť H_{IT} sa rovná H_0 a nedochádza ku vzniku ISE. Na druhej strane, keď je hĺbka h rovnaká alebo menšia ako h^* , pomer h^*/h nie je zanedbateľný a ISE musí byť zahrnutý. Dislokačný model môže predpovedať len pozitívny ISE [24, 25].

V niektorých prípadoch sa môže indentačná tvrdosť zvyšovať so zvyšujúcim sa zaťažením – reverzný typ ISE (RISE). RISE bol pozorovaný najmä u monokryštálov a vyskytuje sa v materiáli, keď pri indentácii prevláda plastická deformácia. RISE môže byť spôsobený [26]:

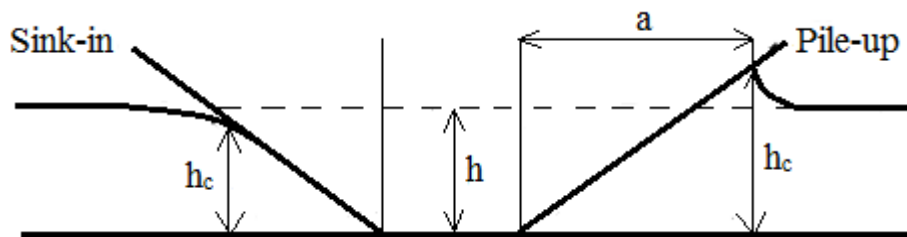
1. Relatívnou prevahou nukleácií a násobením dislokácií.
2. Relatívnou prevahou dvoch sklzových rovín v konkrétnom sklzovom systéme, alebo dvoch sklzových systémov nad a pod zaťažením.

1.3.6.2 Pile-up

Výpočet základných mechanických charakteristík je založený výhradne na elastických modeloch kontaktu indentora s materiálom. V niektorých materiáloch vzniká vo vtlačku elastická a plastická deformácia, pričom plastická deformácia môže spôsobiť významné zmeny, ktoré nemôžu byť vysvetlené elastickými modelmi. Najdôležitejším plastickým javom je pile-up, pri ktorom sa materiál plasticke pozdvihne okolo kontaktu indentora so skúšaným materiálom spôsobom znázorneným

schematicky na Obr. 10. K pile-upu nedochádza u všetkých materiálov. Pri vzniku pile-upu dochádza k nadhodnoteniu H_{IT} a E_{IT} , pretože ich hodnoty závisia od kontaktnej plochy. Ak dôjde k pile-upu, kontaktná plocha je väčšia ako predpokladala elastická kontaktná teória, ktorá predpokladá, že materiál klesá v priebehu čisto elastického kontaktu (sink-in). Hodnoty H_{IT} môžu byť nadhodnotenú až o 60 % a hodnoty E_{IT} až o 30 %. E_{IT} je menej ovplyvnený, pretože je úmerný $1/\sqrt{A}$ (rovnic (4) (pozri str. 27), H_{IT} je úmerná $1/A$ (rovnic (1) (pozri str. 25)) [14, 27].

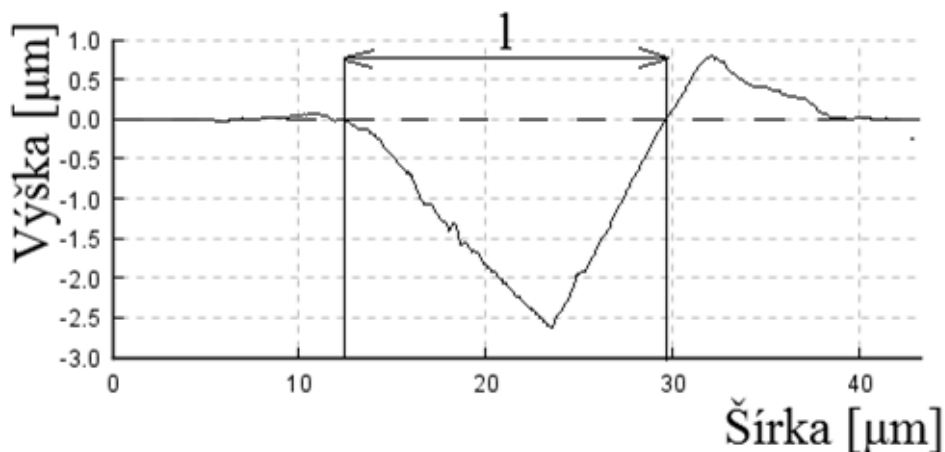
Pre kužeľové a pyramídové indentory, veľkosť pile-upu, alebo sink-inu nie je funkciou indentačnej hĺbky. Pre guľôčkové indentory sa však veľkosť pile-upu a sink-inu môže meniť počas indentácie z dôvodu prechodu z čisto elastickej deformácie pri malých indentačných hĺbkach na plastickú deformáciu pri veľkých indentačných hĺbkach [28].



Obr. 10 Schematické znázornenie sink-inu a pile-upu v priereze vtlačku [1]

Z toho dôvodu je nutné určiť vplyv pile-upu na mechanické vlastností materiálu pomocou DSI. Vplyv pile-upu určíme pomocou nasledujúcich metód:

1. Priame pozorovanie kontaktnej plochy pomocou mikroskopie atomárných síl AFM, alebo rastrovacieho elektrónového mikroskopu REM – kontaktnú plochu určíme tak, že si zmeriame šírku vtlačku l , Obr. 11.



Obr. 11 Pričný rez vtlačku [29]

Pri tomto postupe sa používa plocha vtlačku A_c , ktorá sa všeobecne používa pri konvenčných testoch tvrdosti. Pre uhol hrotu indentora θ je plocha vtlačku daná:

$$A_c = \frac{l^2}{\sqrt{3} \sin \theta} . \quad (17)$$

Pri výpočte indentačnej tvrdosti materiálu sa používa predpokladaná kontaktná plocha indentora so vzorkou A_p . Preto je nutné zameniť A_c za A_p . Za predpokladu, že veľkosť pozorovaného vtlačku je rovnaká ako predpokladaná kontaktná plocha indentora so vzorkou, potom vzťah medzi kontaktnou hĺbkou h_c a šírkou vtlačku l je daný:

$$l = 3h_c \tan \theta . \quad (18)$$

Pomer medzi A_p a A_c je približne 0,368 ($A_p/A_c = \sin \theta$), kde θ je čelný uhol diamantového indentora. Potom indentačnú tvrdosť vypočítame podľa vzťahu [29]:

$$H_{IT} = \frac{F_{\max} A_c}{A_c A_p} = 2,716 \frac{F_{\max}}{A_c} . \quad (19)$$

2. Semi-eliptická metóda je založená na myšlienke aproximácie predpokladanej kontaktnej plochy s pile-upom do obvodu pol elipsy a následným zahrnutím tejto plochy s pile-upom do analýzy. Potom kontaktnú plochu určíme podľa vzťahu:

$$A_k = A_{O\&P} + A_{PU} = A_{O\&P} + 5,915h_{c\ O\&P} \sum a_i , \quad (20)$$

kde $A_{O\&P}$ – kontaktná plocha stanovená metódou O&P, A_{PU} – kontaktná plocha vzhľadom k pile-upu, $h_{c\ O\&P}$ – kontaktná hĺbka vtlačku stanovená metódou O&P, a_i – kontaktná šírka vtlačku s pile-upom (všetkých troch lalokov pile-upu), ktorá je definovaná ako predpokladaná šírka semi-eliptického obvodu s pile-upom [30].

3. Metóda podľa Joselina a Olivera je založená na tom, že kombinuje rovnice tvrdosti a modulu pružnosti. Skutočná kontaktná plocha a následne aj tvrdosť sa vypočíta zadaním známeho modulu pružnosti do kombinovanej rovnice, pričom modul pružnosti materiálu sa musí merať inou metódou, čo sa stáva hlavnou prekážkou pre širšie uplatnenie tejto metódy [31].

4. Metóda podľa Choi, Lee a Kwon je založená na tom, že kontaktná hĺbka h_c sa určí ako súčet maximálnej indentačnej hĺbky h_{\max} , výšky pile-upu $h_{\text{pile-up}}$, otupenia hrotu indentora h_b a elastického ohybu povrchu vzorky Δh_b podľa vzťahu:

$$h_c = h_{\max} + h_{\text{pile-up}} - h_d + \Delta h_b \quad . \quad (21)$$

Potom sa kontaktná plocha určí ako [32]:

$$A = \pi \tan^2 \theta (h_{\max} + h_{\text{pile-up}} - h_d + \Delta h_b)^2 \quad . \quad (22)$$

5. Matematická analýza vplyvu pile-upu na mechanické charakteristiky materiálu na základe výšky pile-upu. Skutočnú kontaktnú plochu $h_{c \text{ pile-up}}$ s vplyvom pile-upu definujeme, Obr. 12:

$$h_{c \text{ pile-up}} = h_c + h_{\text{pile-up}} \quad , \quad (23)$$

kde $h_{\text{pile-up}}$ – výška laloku pile-upu. Potom rozdiel v kontaktnej hĺbke Δh_c v dôsledku pile-upu vypočítame ako:

$$\Delta h_c = h_c - h_{c \text{ pile-up}} = -h_{\text{pile-up}} \quad . \quad (24)$$

Za predpokladu, že hodnoty $H_{IT}^{O\&P}$ a $E_{IT}^{O\&P}$ vypočítame pomocou metódy O&P (rovnice (1) (4)) (pozri str. 25, 27)), potom skutočné hodnoty indentačnej tvrdosti H_{real} a skutočného indentačného modulu E_{real} vypočítame pomocou analýzy, ktorá berie do úvahy rovnice (1), (4) a (9) (pozri str. 25, 27, 29):

$$\frac{H_{\text{real}}}{H_{IT}^{O\&P}} = \left(\frac{h_{c \text{ pile-up}}}{h_c} \right)^{-2} \quad , \quad (25)$$

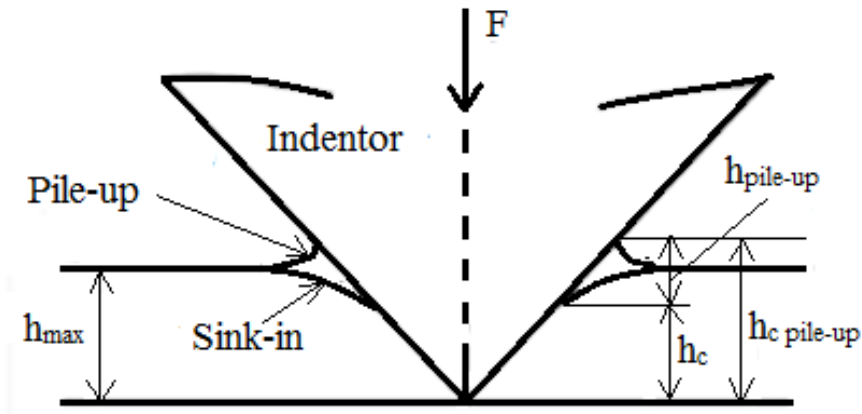
$$\frac{E_{\text{real}}}{E_{IT}^{O\&P}} = \left(\frac{h_{c \text{ pile-up}}}{h_c} \right)^{-1} \quad . \quad (26)$$

Kombináciou rovníc (23) až (26) dostaneme [33]:

$$H_{\text{real}} = H_{IT}^{O\&P} \left(1 + \frac{h_{\text{pile-up}}}{h_c} \right)^{-2} ; \left(1 + \frac{h_{\text{pile-up}}}{h_c} \right)^{-2} = r_H \Rightarrow H_{\text{real}} = H_{IT}^{O\&P} r_H \quad , \quad (27)$$

$$E_{\text{real}} = E_{IT}^{O\&P} \left(1 + \frac{h_{\text{pile-up}}}{h_c} \right)^{-1} ; \left(1 + \frac{h_{\text{pile-up}}}{h_c} \right)^{-1} = r_E \Rightarrow E_{\text{real}} = E_{IT}^{O\&P} r_E \quad . \quad (28)$$

Hodnoty koeficientov sa pohybujú v intervale $r_H, r_E \in \langle 0; 1 \rangle$. V prípade, keď je hodnota koeficientov $r_H, r_E = 1$, pile-up nemá vplyv na namerané hodnoty; $r_H, r_E = 0$ je vplyv pile-up maximálny.



Obr. 12 Definovanie skutočnej kontaktnej hĺbky pri vzniku pile-upu [33]

Základné vlastnosti materiálov, ktoré vplývajú na vznik pile-upu je pomer medze klzu R_e k modulu pružnosti E – R_e/E a deformačné spevnenie materiálu. Všeobecne platí, že vplyv pile-upu je väčší u materiálov s nízkym pomerom R_e/E a s malou, alebo žiadnou schopnosťou sa spevňovať, t.j. u "mäkkých" kovov. Spevňovanie materiálu počas indentácie zabraňuje vzniku pile-upu, pretože spevnenie povrchu materiálu počas indentácie znemožňuje tok materiálu k povrchu vzorky [13, 11]. Spevňovanie nemá vplyv na pile-up, keď $R_e/E > 0,03$. Pretože zvyčajne nepoznáme hodnoty R_e a E testovaných materiálov, preto tento parameter nemá až taký praktický význam pri posudzovaní možnosti vzniku pile-upu. Existuje silná korelácia medzi R_e/E a h_f/h_{max} , pomer hĺbky indentácie pri odľahčení h_f k hĺbke pri maximálnom zaťažení h_{max} . Vzhľadom k tomu, že tento parameter je priamo merateľný DSI, možno to považovať za užitočný prostriedok pre stanovenie vzniku pile-upu. Pile-up je minimálny, keď $h_f/h_{max} < 0,7$, inak môže, alebo nemusí byť pile-up významný v závislosti od spevňovania materiálu. Typické materiály, pri ktorých je pomer $h_f/h_{max} < 0,7$ sú keramické materiály a tvrdé kovy [11, 34]. Okrem toho, bola vyvinutá nová metóda na odstránenie vplyvu pile-upu, ktorá je založená na pomere sklonu krivky zaťaženia a odľahčenia. Jej výhodou je to, že táto veličina môže byť kontinuálne meraná pri indentácii [13].

1.3.6.3 Príprava povrchu vzorky

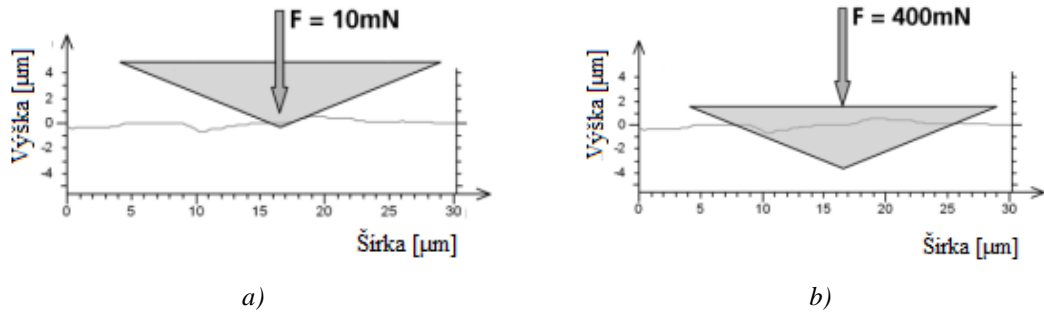
Pri príprave povrchu vzorky musíme zohľadniť nasledujúce faktory, ktoré vplývajú na meranie pomocou DSI [35]:

1. Povrchová kontaminácia vzorky, ako sú napr. oxidy, tenká organická vrstva, nečistoty a pod.. Tenký povrchový film môže napríklad spôsobiť zmenu tvrdosti v závislosti od hĺbky indentácie.
2. Drsnosť povrchu skúšaného materiálu je veľmi dôležitá, pretože mechanické vlastnosti testovaného materiálu je možné vypočítať za predpokladu, že povrch vzorky je hladký. Úprava povrchu vzorky má byť minimálna. V prípade, ak je dodržaný rovinný povrch vzorky, treba použiť vzorku v dodanom stave [36, 37], pretože pri leštení sa môžu do povrchu vzorky zaviesť určité zvyškové napätia, ktoré môžu mať negatívny vplyv na hodnoty tvrdosti. Ďalšou nevýhodou brúsenia a leštenia je vznik povrchovej Beilbyho vrstvy, ktorá značne ovplyvňuje pôvodnú štruktúru. Hĺbka vrstvy sa pohybuje od 10 do 20 μm a závisí od podmienok brúsenia a leštenia. Čím vyšší tlak a rýchlosť, tým vyššia teplota od trenia na povrchu vzorky, vzniká hrubšia deformovaná vrstva. Beilbyho vrstva môže zvýšiť tvrdosť o 37 % oproti základnému materiálu [38].

V prípade vysokej drsnosti povrchu vzorky môžu vzniknúť dve situácie [36]:

- a) Ak indenter prichádza do kontaktu s výstupkom profilu povrchu vzorky, tak sa zvyšujú lokálne napätia v kontaktných miestach, pričom deformácia materiálu prechádza do väčšej hĺbky pri relatívne nízkom zaťažení. To môže mať za následok väčšiu indentačnú hĺbku a nižšiu vypočítanú tvrdosť.
- b) Ak indenter prichádza do kontaktu s priehlbínou profilu povrchu vzorky je pozorovaný opačný fenomén, to je kontaktná plocha je podceňovaná a preto vypočítaná tvrdosť je preceňovaná.

Aby sme zabránili negatívnemu vplyvu drsnosti povrchu vzorky, je nutné použiť väčšie maximálne zaťaženie, ktoré vytvára oveľa hlbšie vtlačky, Obr. 13. Ak je indentačná hĺbka vtlačku 20-krát väčšia ako je stredná aritmetická odchýlka profilu povrchu vzorky R_a , môžeme takýto povrch považovať za hladký [14].



Obr. 13 Profil vtláčku pri rôznom maximálnom zaťažení [37]

a) $F_{max} = 10 \text{ mN}$, b) $F_{max} = 400 \text{ mN}$

1.3.6.4 Termálny drift

Korekciou termálneho driftu sa snažíme upraviť namerané indentačné hĺbky z dôvodu teplotnej rozťažnosti alebo skrátenia skúšaného materiálu a / alebo indentačného zariadenia. Korekcia sa musí vykonať jednotlivo pre každú indentáciu, pretože rýchlosť termálneho driftu sa môže meniť v relatívne krátkych časových horizontoch. V skutočnosti korekciu je najlepšie začleniť priamo do indentačného skúšobného postupu [14].

1.3.6.5 Tvarová funkcia hrotu a zaoblenie hrotu

Pri odvodzovaní vzťahov pre výpočet tuhosti a následne indentačnej tvrdosti a indentačného modulu sa predpokladá, že geometria hrotu je ideálna, a teda aj odpovedajúca plocha je ideálna. V skutočnosti to však takto nie je, Obr. 14. Odchýlka od ideálnej geometrie pre pyramídové a kúžeľové indentory je otupenie hrotu indentora. Štandardne sa dodávajú hroty so zaoblením $< 0,2 \mu\text{m}$. Znalosť presného tvaru hrotu indentora pri guľôčkovom indentore je dôležitá, pretože malé odchýlky od ideálnej guľôčkovej geometrie môžu mať veľký vplyv na merané kontaktné plochy [11, 14, 15, 39]. Pomocou Obr. 15 môžeme odvodiť vzťah pre výpočet polomeru zaoblenia hrotu indentora, ktorý schematicky znázorňuje porovnanie profilu ideálneho A_i a reálneho indentora A . Zo schémy na Obr. 15 vyplýva, že pomer h'_c/h_c je vo vzťahu s pomerom A/A_i [11]:

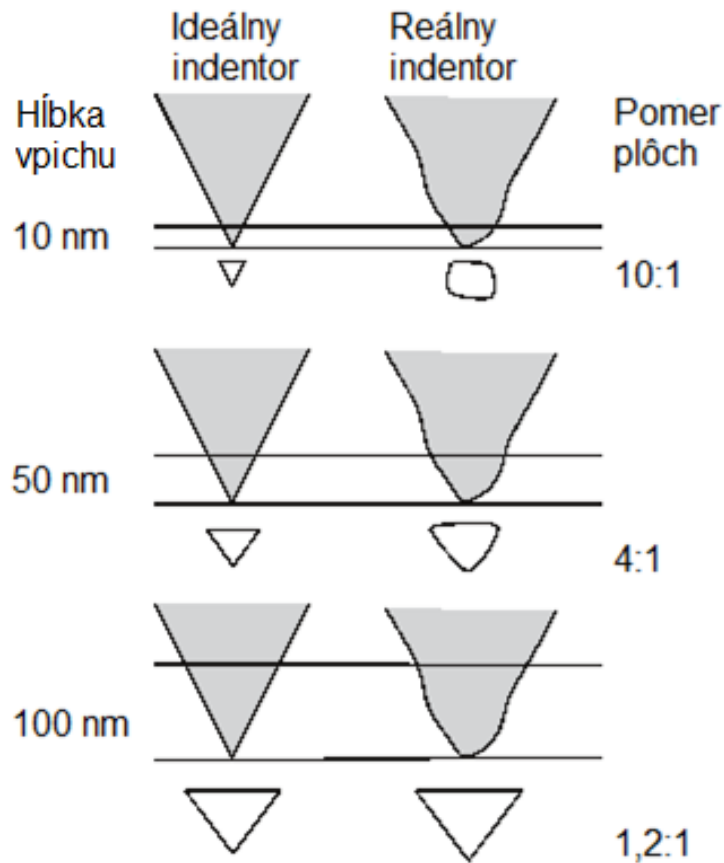
$$\frac{h'_c}{h_c} = \frac{A}{A_i} \quad . \quad (29)$$

Kontaktnú hĺbku h_c získame z experimentu, pomer A/A_i vieme vyjadriť po uskutočnení kalibrácie tvaru hrotu, a teda je možné vypočítať rozdiel kontaktných

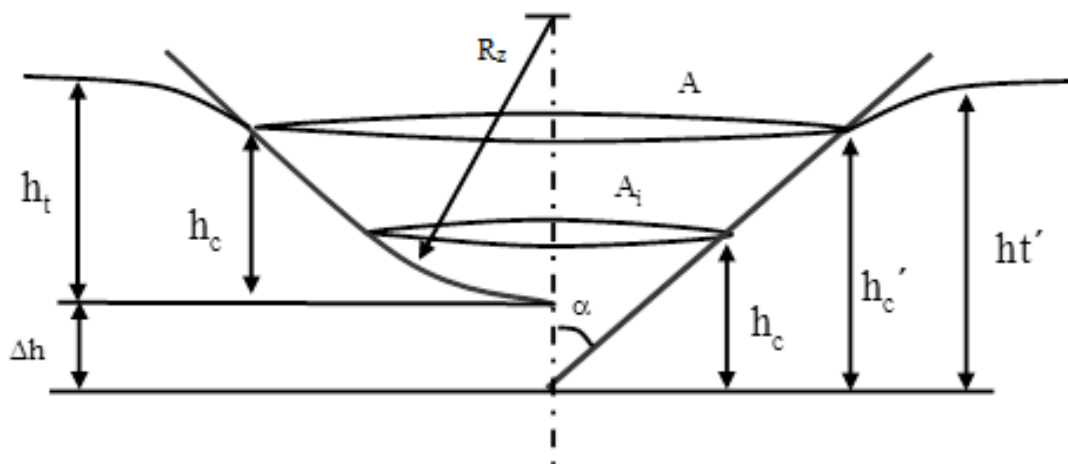
hĺbok Δh_c medzi reálnym h_c a ideálnym tvarom hrotu indentora h'_c . Po jeho získaní môžeme určiť polomer zaoblenia hrotu indentora R_z nasledovne [11]:

$$R_z = \Delta h_c \left(\frac{1}{1 - \sin \alpha} - 1 \right) , \quad (30)$$

kde α – ekvivalentný uhol kužeľa.



Obr. 14 Porovnanie ideálneho a reálneho tvaru hrotu indentora pri rôznej indentačnej hĺbke [2]



Obr. 15 Porovnanie indentačných parametrov ideálneho a reálneho hrotu indentora [11]

Korekčný faktor môžeme stanoviť nasledovnými spôsobmi [14]:

1. Priamy spôsob – je založený na tom, že sa pozoruje tvar výsledného vtlačku pomocou REM alebo AFM.
2. Nepriamy spôsob – je založený na tom, že funkcia plochy indentora je určená tým, že sa urobí rad vtlačkov v kalibračnom materiáli v rôznych hĺbkach so známymi elastickými vlastnosťami. Kalibračný faktor môžeme získať tiež pri meraní dynamickej tuhosti, ktorá má výhodu v tom, že môžeme získať všetky potrebné údaje v niekoľkých testoch. Základným predpokladom kalibračného materiálu je, aby modul pružnosti nezávisel od hĺbky, a aby nedošlo k vzniku pile-upu. Z týchto dôvodov sa najčastejšie používa tavený kremeň, aj keď z dôvodu jeho relatívne vysokej tvrdosti ($H = 9 \text{ GPa}$) nie je možné dosiahnuť hornú hranicu maximálnej hĺbky [14].

1.3.7 Meranie mechanických vlastností štruktúrnych fáz v multifázovej oceli

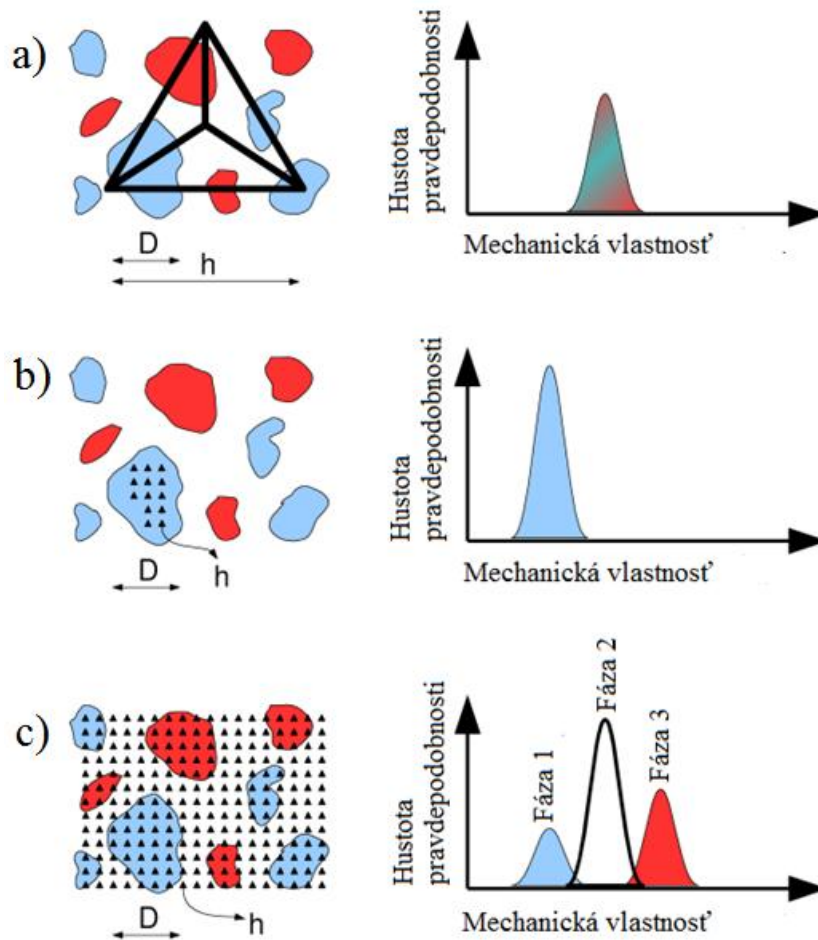
Meranie pomocou DSI poskytuje účinný spôsob merania mechanických vlastností homogénnych materiálov. V multifázových oceliach je náročné merať mechanické vlastností jednotlivých fáz, ako napr. karbidy v oceli, martenzit, austenit v oceli a pod.. Hlavné aspekty merania mechanických vlastností jednotlivých fáz s veľkosťou zrna pod $10 \mu\text{m}$ vo viacfázových systémoch sú [40, 41]:

1. Hĺbka indentácie sa musí voliť tak, aby drsnosť povrchu vzorky neovplyvnila výsledné vlastnosti, ale musí byť dostatočne plytká, aby sa merali mechanické vlastnosti jednej fázy.
2. Väčšina mikroštruktúr je mechanicky leštená, pričom leštenie spôsobuje výrazné deformačné spevnenie povrchovej vrstvy vzorky.
3. Mnoho mikroštruktúr sú zvýraznené leptaním, pričom leptanie môže spôsobiť zvýšenie drsnosti povrchu vzorky, ale aj chemickú modifikáciu v blízkosti povrchu vzorky.
4. Veľkosť vtlačkov musí byť dostatočne veľká, aby boli viditeľné pod mikroskopom, inak nie je možné určiť polohu daného vtlačku a následne jeho príslušnosť k danej fáze.
5. Mechanické vlastnosti jednej fázy môžu byť ovplyvnené inou fázou, najmä vtedy, ak matrica danej fázy je mäkkšia ako daná fáza, pričom zostávajúca

pružná zložka z podkladového substrátu môže ovplyvniť meranie, aj keď hĺbka indentácie je menšia ako je hĺbka danej fázy. Pretože pri indentácii nie je možné poznať hĺbku danej fázy pod povrchom, preto môžeme merať vlastnosti substrátu aj pri pomerne malej indentačnej hĺbke v porovnaní s veľkosťou danej fázy.

6. Umiestnenie indentora na danú fázu je časovo náročné.

Aby sme odstránili nevýhody, ktoré vznikajú pri meraní jemnozrných heterogénnych materiálov, musíme vykonať veľký počet indentácií, ktoré sa následne štatistický vyhodnotia – mriežková metóda, Obr. 16 [40].



Obr. 16 Princíp mriežkovej indentačnej metódy pre heterogénne materiály [42]

a) $h \gg D$ – globálne vlastnosti materiálu, b) $h \ll D \gg L$ – priemerná vlastnosť jednej fázy,

c) $h \ll D \ll L$ – celkový histogram je výsledkom viacerých fáz

Pri meraní mechanických vlastností materiálu, ktorý je tvorený dvoma fázami a tieto fázy majú rôzne mechanické vlastnosti, musí byť indentačná hĺbka h menšia, ako je charakteristická veľkosť daných fáz D (napr. veľkosť zrna) $h \ll D$. Okrem toho sa musí vytvoriť veľký počet indentácií v tvare mriežky, alebo matice veľkosti L , pričom

veľkosť mriežky musí byť väčšia, ako je charakteristická veľkosť jednotlivých fáz $L \gg D$. Na druhej strane, ak je maximálna indentačná hĺbka vtlaku oveľa väčšia ako charakteristická veľkosť jednotlivých fáz $h \gg D$, potom získame priemerné vlastnosti daného materiálu [40, 41, 43].

1.4 Charakterizácia experimentálneho materiálu

1.4.1 Ocele bez interstícií (Interstitial free (IF) steel)

Štruktúra ocele je tvorená čistým feritom. Obsahuje menej ako 0,005 % C a sú mikrolegované Ti a Nb, resp. kombináciou Ti + Nb, ktoré úplne vyviažu intersticiálne prvky na stabilné precipitáty. Vlastnosti ocele sú riadené veľkosťou feritického zrna [44], ktorého veľkosť je od 8 do 11 μm [45].

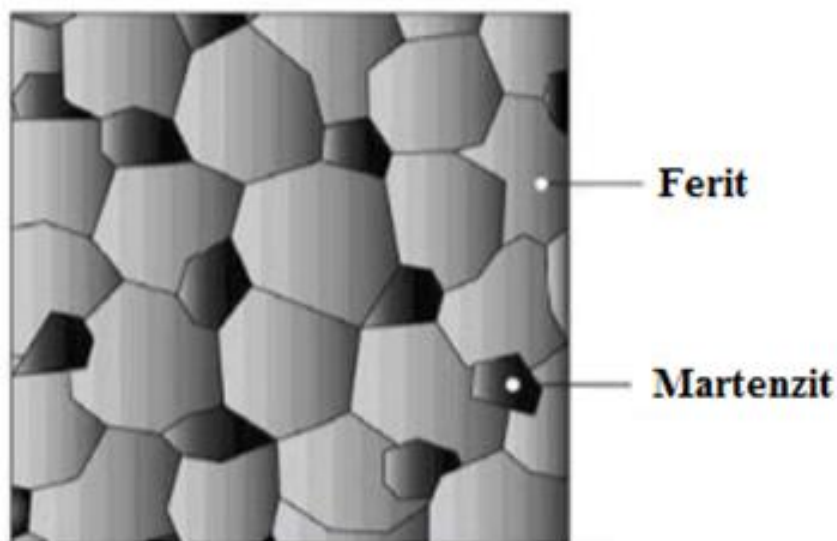
Používajú sa hlavne pre extrémne hlboké ťahanie, najmä na tvarovo zložité karosárske výlisky [44]. V dôsledku toho, že neobsahujú interstície, majú ocele nízku medzu klzu R_e pod 160 MPa, medza pevnosti sa pohybuje od 140 do 450 MPa, majú vysokú ťažnosť 30 – 50 %, vysoký exponent deformačného spevnenia a sú odolné voči starnutiu [46]. Z toho dôvodu sú vhodné na veľké tvarovo zložité karosárske výlisky, akými sú napr. blatníky, plechy dverí a pod. [44].

1.4.2 Dvojfázové ocele (Dual phase (DP) steel)

Charakteristickým rysom dvojfázových ocelí je štruktúra, ktorá pozostáva z 70 až 90 % feritu a z 10 až 30 % martenzitu, Obr. 17 [44]. Okrem týchto dvoch fáz nie je vylúčená ani prítomnosť bainitu, perlitu a zvyškového austenitu vo veľmi malých množstvách [47, 48]. Výsledné vlastnosti ocele závisia teda od množstva martenzitu vo feritickej matrici. Pomer feritu a martenzitu v mikroštruktúre závisí od teploty, času a od spôsobu žihania, legujúcich prvkov, rýchlosti kalenia a kaliaceho média [49]. Rast objemového podielu martenzitu spôsobuje zvýšenie medze klzu, medze pevnosti a nárast vrubovej húževnatosti dvojfázovej ocele. Tento efekt bol pozorovaný len pre objemový podiel martenzitu do $f_m = 50\%$. Pri vyššom objemovom podiele martenzitu bol pozorovaný pokles pevnostných vlastností ocele, ktorý bol výsledkom zníženia koncentrácie uhlíka v martenzite [44]. Pri určitej optimálnej kombinácii mäkkého feritu a ostrovčekov tvrdého martenzitu, má oceľ vysoký exponent deformačného spevnenia, vysokú ťažnosť (15 – 30 %), vysoký pomer R_e/R_m okolo

hodnoty 0,6 a nemá výraznú medzu klzu. Medza pevnosti v ťahu je okolo 1200 MPa a medza klzu je od 300 do 500 MPa [50, 51]. Stredná veľkosť feritického zrna je okolo 2 – 3 μm a stredná veľkosť martenzitického zrna je 1 μm [48]. Ich hlavnou nevýhodou je, že nie v každom prípade vykazujú dostatočné vlastnosti pri dynamických podmienkach zaťaženia a hrozí, že v prípade ich vystavenia zvýšeným teplotám, môže dôjsť k významným zmenám ich mechanických vlastností [44].

Dvojfázové ocele sú široko používané pri výrobe automobilových súčiastok, ktoré sa vyrábajú lisovaním za studena, napr. v rôznych častiach karosérie – výstuhy, konzoly a disky automobilových kolies a pod. [44].



Obr. 17 Mikroštruktúra dvojfázovej ocele [44]

1.4.3 Mikrolegované ocele

Vyznačujú sa lepšími mechanickými vlastnosťami a lepšou odolnosťou proti atmosférickej korózii ako konvenčné uhlíkové ocele. Z dôvodu dobrej ťažnosti sa najčastejšie používajú na dynamicky namáhané diely podvozkov a nosných častí karosérie. Tiež sa používajú na náročné výlisky s väčšou odolnosťou proti vtlačeniu [44]. Ocele z fyzikálno-metalurgického hľadiska majú spĺňať nasledujúce požiadavky: homogénnu jemnozrnnú štruktúru a vysokú čistotu. Ich mechanické vlastnosti závisia od veľkosti zrna a druhu precipitátov. Obsah uhlíka je limitovaný asi od 0,05 do 0,5 %. Nízky obsah uhlíka zabezpečuje dobrú tvárnosť a zvariteľnosť. Obsahujú od 0,01 do 0,1 % legujúcich prísad, najčastejšie Mn. Ďalšie legujúce prísady sú Nb, Ti, Cr, W.

Rozdelenie mikrolegovaných ocelí:

1. Ocele s odolnosťou proti atmosférickej korózii,
2. Mikrolegované feriticko-perlitické ocele,
3. Valcované perlitické ocele,
4. Ocele s ihlicovým feritom,
5. Ocele s kontrolovaným tvarom precipitátov.

Mikrolegovaná feriticko-perlitická oceľ obsahuje menej ako 0,10 % karbidotvorných a karbidonitridotvorných prísad, akými sú Nb, V [53]. Vyznačujú sa dobrou hĺbkot'aznosťou a malým koeficientom normálovej anizotropie. Stredná veľkosť feritického zrna je približne 8 μm a stredná veľkosť perlitického zrna je 7 μm [54]. Sú vhodné na tvarovo náročné výlisky s väčšou odolnosťou proti vtláčaniu [53].

1.5 Faktory ovplyvňujúce globálne mechanické vlastnosti polykryštalického materiálu

1.5.1 Kryštalografická orientácia zrna

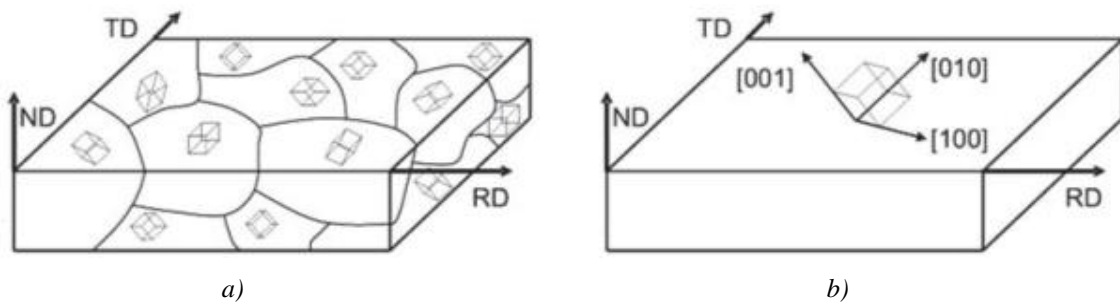
Väčšina priemyselne vyrábaných materiálov je polykryštalických s usporiadanou štruktúrou. Orientáciu jednotlivých kryštálov, respektíve zrn v rámci polykryštalickej vzorky môžeme opísať ako rotáciu, ktorá transformuje súradnicový systém vzorky do súradnicového systému fixných kryštálov, Obr. 18. Zvyčajne súradnicový systém vzoriek, ktoré sú z valcovaných polotovarov, je definovaný pomocou smerov:

1. Smer valcovania (RD).
2. Priečny smer (TD).
3. Normálový smer (ND).

Súradnicový systém kryštálu je definovaný pomocou Millerových indexov. Orientácia kryštálu vzhľadom k referenčnému systému vzorky môže byť daná rotáciou, ktorá je definovaná pomocou Eulerových uhlov (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2). Existuje niekoľko spôsobov pre vyjadrenie rotácie, ale najčastejšie sa v EBSD (Electron Backscattered Diffraction) analýze používa Bungeov spôsob. Bungeov spôsob vyjadruje otáčanie referenčného súradnicového systému vzorky do súradnicového systému kryštálu pomocou Bunge-Eulerových uhlov. Rotácia pomocou Bunge-Eulerových uhlov sa musí urobiť v konkrétnom poradí, a to proti smeru otáčania hodinových ručičiek vzhľadom k osi otáčania, Obr. 19. Uhol ϕ_1 je prvý uhol otáčania a robí sa okolo osi ND. Uhol ϕ je

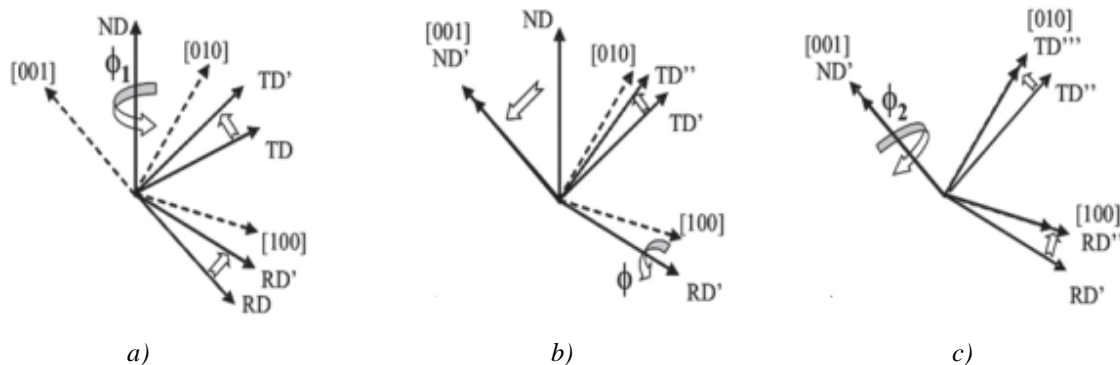
druhý uhol otáčania a robí sa okolo osi RD. Uhol ϕ_2 je posledný uhol otáčania a robí sa okolo osi ND. Kompletný popis textúry môže byť vyjadrený z orientačnej distribučnej orientácie zakreslenej v trojrozmernom priestore – Eulerov priestor. V Eulerovom priestore je orientácia vyjadrená ako funkcia troch Bunge-Eulerových uhlov, ale v skutočnosti je orientácia uvedená ako funkcia dvoch Bunge-Eulerových uhlov a tretia hodnota uhla je pevne daná.

Z hľadiska materiálového inžinierstva sa orientácia kryštálu vyjadruje pomocou rotácie rovina – smer. Tá sa uvádza pre popis prednostnej orientácie a spočíva v udávaní Millerových indexov kryštálových rovín rovnobežných s povrchom vzorky a indexov smerov rovnobežných s významnou osou externého (makroskopického) súradnicového systému alebo významným smerom napr. smerom valcovania. Orientácia polykryštalického materiálu nie je vo väčšine prípadov náhodná, ale má určitú prednostnú kryštalografickú orientáciu – textúru. Textúra spôsobuje anizotropiu niektorých materiálových vlastností, napr. modulu pružnosti, pevnosti, húževnatosti, tvárnosti, elektrickej vodivosti, magnetickej permeability a pod. [55, 56, 57].



Obr. 18 Orientácia jednotlivých kryštálov v tuhom materiáli [55]

- a) schematické znázornenie polykryštalického materiálu, ktorý znázorňuje odlišnú orientáciu kryštálov
 b) schematické znázornenie referenčného súradnicového systému a kryštálového súradnicového systému v tuhom materiáli



Obr. 19 Schematické znázornenie Bunge-Eulerového spôsobu vyjadrenia rotácie referenčného súradnicového systému vzorky do súradnicového systému kryštálu [55]

1.5.2 Hranica zrna

Hranica zrna je dotykové rozhranie medzi zrnami s rôznou orientáciou, akou je prechodová oblasť s dvojrozmerným charakterom. Hranice zrna rozdeľujeme v závislosti od ich dezorientácie na malouhlové (vzájomná dezorientácia do 3°) a veľkouhlové (vzájomná dezorientácia nad 10°).

Hranice zrna hrajú dôležitú úlohu v mechanickej reakcii polykryštalického materiálu. Najznámejší vzťah vplyvu hraníc zrn na mechanické vlastnosti je Hall-Petchov vzťah, ktorý sa týka zvýšenia medze klzu so znižujúcou sa veľkosťou zrna [58].

Zmena mechanických vlastností v okolí hranice zrna je v dôsledku mikroštruktúrnej charakteristiky hranice zrna a z konštrukčných účinkov, ktoré sú spojené s hranicou zrna [59, 60]:

1. Výškový skok na hranici zrna z dôvodu leptania: výškový skok na hranici zrna znižuje tvrdosť z dôvodu ľahšej nukleácie dislokácií na tomto výškovom skoku, čo má za následok pokles tvrdosti na hranici zrna.
2. Zmena povrchového sklonu vzorky v blízkosti hranice zrna.
3. Roztokové spevnenie v dôsledku nerovnovážnej segregácie nečistôt na hranici zrna.
4. Tepelná história vzorky. V prípade vysokoteplotného tepelného spracovania dochádza k migrácii hraníc zrn. V oblastiach, v ktorej migrovali hranice zrna je nižšia hustota dislokácií ako vo vnútri zrna. Okrem toho, migrácia hranice zrna pohlcuje mriežkové dislokácie, ktoré potrebujú nejaký čas na odlúčenie sa od hranice zrna a na úplnú anihiláciu vo vnútri zrna. Takáto migrujúca hranica zrna má v dôsledku toho zvýšenú hustotu dislokácií a následne môže odpudzovať iné mriežkové dislokácie v zrne tým, že tlačí dislokácie pred sebou a následne sa vytvorí oblasť s vysokou hustotou dislokácií v blízkosti hranice zrna.
5. Anizotropia dislokačných reakcií na hranici zrna. Ak je elastická energia deformačného poľa, ktorá je spôsobená dislokáciou v susednom zrne, menšia ako by bola bez hranice zrna, tak bude dislokácia priťahovaná príťažlivou silou na hranicu zrna. Dislokácie sa prirodzene premiestňujú do „mäkšieho“ zrna, ale v tomto prípade bude dislokácia „odrazená“ hranicou zrna. V prípade indentácie budú odpudivé dislokačné reakcie medzi dislokáciami,

ktoré vznikli pod hrotom indentoru (štatisticky uložené dislokácie) a mriežkovými dislokáciami. Hranica zrna spôsobí, že dislokačný sklz bude obťažný, a preto štatisticky uložené dislokácie zostanú v blízkosti hrotu indentora, čo spôsobí zvýšenie tvrdosti. V opačnom prípade, keď hranice zrna priťahujú mriežkové dislokácie, budú dislokácie kĺzať od indentačnej oblasti smerom k hranici zrna, čím dôjde k zníženiu tvrdosti. Preto tento model predpovedá zvýšenie tvrdosti v blízkosti hranice zrna v jednom zrne, ktoré následne spôsobí pokles tvrdosti v susednom zrne.

6. Anizotropia sklzového prenosu dislokácií cez hranice zrna. V prípade indentácie môžu byť sklzové systémy orientované priaznivejšie v jednom zrne ako v druhom zrne. Sily pôsobiace na dislokáciu budú menšie v priaznivejšom orientovanom zrne. Hranica zrna pôsobí ako bariéra pre prenos dislokácií sklzom, dôjde k zvýšeniu tvrdosti v oboch zrnách, ale zvýšenie tvrdosti v priaznivejšom orientovanom zrne bude nižšie.

1.6 Materiálové modelovanie

Model je opis, ktorý popisuje svet zvyčajne pomocou súboru matematických rovníc alebo algoritmov. Hlavná požiadavka modelu je jednoduchosť a musí reprodukovat' všetky dôležité prvky správania sa systému. Model sa využíva na vytvorenie ideálnych podmienok bez experimentálnych skúšok.

Hlavným cieľom modelovania je získanie pohľadu, ako sa materiál bude správať v rôznych fyzikálnych podmienkach, napr. zistenie špecifických elektrických, mechanických alebo optických vlastností. Modelovanie vedie k optimalizácii procesu výroby, alebo k zmene dizajnu, aby sme zvýšili húževnatosť výrobku. Niekedy sa materiálové modelovanie používa na predpoveď správania sa materiálu pri extrémnych podmienkach, ktoré nemôžeme dosiahnuť v laboratórnych podmienkach (extrémne vysoký tlak a pod.). Ďalším cieľom materiálového modelovania je prepojenie modelov, teórie a experimentu [61].

Materiálové modely rozlišujeme podľa časovej závislosti [62]:

1. Statický model – vlastnosti materiálu sa nemenia časom.
2. Dynamický model – vlastnosti materiálu sú časovo závislé.

1.6.1 Veľkostné úrovne materiálového modelovania

Mnoho zložitých fyzikálnych modelov, ktoré sú založené na prírodných zákonoch a sa používajú na simulovanie, je veľmi náročné testovať z hľadiska času. Preto je veľmi dôležité optimalizovať počítačový model materiálu len na daný čas, alebo dĺžkovú mierku daného materiálu, ktorý je dôležitý pre daný problém. Preto boli vyvinuté konkrétne veľkostné úrovne materiálového modelovania [61]:

1. Elektrónová,
2. Atómová,
3. Mikroštruktúrna,
4. Kontinuálna.

Modely, ktoré zahŕňajú v sebe všetky veľkostné úrovne materiálového modelovania, sú založené na algebraických diferenciálnych alebo integrálnych rovniciach. V takomto prípade je model deterministický t.j. opisuje predvídateľné javy.

1.6.1.1 Elektrónová veľkostná úroveň

Elektrónová veľkostná úroveň je založená na Schrödingerových vlnových rovniciach pre elektróny. Riešiť rovnice nie je možné pre všetky elektróny. Rovnice sa riešia pri zjednodušených podmienkach. V praxi sa však rovnice zameriavajú na popis jedného elektrónu. Najčastejšie sa používa na simuláciu polohy atómov, pásovej štruktúry, rozloženia náboja a pod. [61].

1.6.1.2 Atómová veľkostná úroveň

Atómová veľkostná úroveň je založená na klasických Newtonových rovniciach. Kvantové javy sú explicitne ignorované, ale obsahuje informácie okolo elektrónov a ich vplyvu na väzby, ktoré sú popísané pomocou medziatómového potenciálu. Tento potenciál je parametrizovaný pomocou rôznych schém, ktoré reprodujú mnoho experimentálnych údajov týkajúcich sa vplyvu na materiál. Funkčné formy sa líšia v zložitosti a odrážajú povahu väzby, ktorá bude zastúpená a stupeň presnosti, ktorý je požadovaný. Pre jednoduché materiály, ako molekuly pevných látok môže stačiť potenciál pár, ako Lennard-Jonesove alebo Coulombove interakcie. Pre komplexné materiály, akými sú polovodiče, kovy, uhlové alebo hustotno závislé potenciály je nutné riešiť pomocou Newtonovej pohybovej rovnice, ktorá zavedie určitú formu integrácie systému s pohybmi atómov v čase. Veľkosť modelu je obvykle niekoľko desiatok tisíc atómov [61].

1.6.1.3 Mikroštruktúrná veľkostná úroveň

V mikroštruktúrnej veľkostnej úrovni nie sú žiadne špecifické rovnice na riešenie tejto úrovne. Namiesto toho model materiálu je rozdelený do malých objemových jednotiek alebo buniek, ako sú dislokácie, zrná, alebo tekuté kryštály. Medzibunkové interakcie sú špecifikované a bunková štruktúra sa vyvíja v závislosti od niektorých predpokladov dynamickej interakcie alebo pravidiel. Všeobecný prístup je založený na automatických bunkách, v ktorom priestor a čas sú diskkrétne fyzikálne veličiny, (ako napr. hustota dislokácií), a tie sa v priebehu modelovania aktualizujú na základe preddefinovaných pravidiel transformácie, ktoré sú deterministické. Tento prístup sa často používa na simuláciu rastu zrn v dvoch alebo troch smeroch, vrátane abnormálneho rastu zrna [61].

1.6.1.4 Kontinuálna veľkostná úroveň

Kontinuálna veľkostná úroveň je založená na tom, že model je rozdelený na štruktúrne bunky. Štruktúrne bunky sa používajú na riešenie sústavy diferenciálnych rovníc, ktoré vzniknú pri riešení problémov v oblasti mechaniky tuhých telies, prenosu tepla a spracovania materiálov, ako je zváranie, kovanie, valcovanie, vytlačanie, odlievanie a spájanie. Hlavná myšlienka je založená na vyriešení diferenciálnych rovníc, ktoré sú často odvodené z konštitutívneho modelu, nahradením stálej funkcie, ktorá sa po častiach aproximuje. Táto aproximácia vychádza zo siete, ktorá definuje prvky bunkovej štruktúry. Pri sieti nie je potrebné, aby bola pravidelná a v skutočnosti je jej geometria závislá od veľkosti skúmaného problému. Napríklad hustota uzlov siete bude rásť okolo oblasti koreňa trhliny [61].

1.6.2 Techniky materiálového modelovania

Konvenčné modelovacie techniky sú založené na makromechanickom modelovaní. Aby sme získali správanie sa heterogénnych materiálov je potrebná simulácia, pričom na dokončenie simulácie sa vyžaduje mechanická skúška. Na druhej strane, mikromechanické modelovanie je založené na mikroaspektoch materiálu a na homogenizačných postupoch, ktoré odstraňujú potrebu testovania materiálu, čo je najväčšou prednosťou mikromechanického modelovania.

Typy modelovacích techník relevantných pre túto prácu sú také, ktoré sú založené na mikroštruktúrnych aspektoch materiálu, pretože aj jedinečné vlastnosti ocelí sú

prisudzované ich mikroštruktúre. Mikromechanické modelovacie techniky sa používajú na predpoveď správania sa materiálu a v tejto dizertačnej práci bude venovaná pozornosť najjednoduchšej technike modelovania a to zmiešavaciemu pravidlu, ktoré bude predstavené stručne a modifikované bude v kapitole 7. Modelovanie globálnych mechanických vlastností [63, 64].

1.6.2.1 Zmiešavacie pravidlo

Globálne vlastnosti celkov alebo kompozitov, ktoré pozostávajú z dvoch alebo viacerých zložiek, môžeme získať ako súčet objemového podielu jednotlivých zložiek a ich individuálnych vlastností. Zmiešavacie pravidlo je jedna z najpriamejších homogenizačných techník materiálového modelovania, pričom existuje celý rad modifikácií zmiešavacieho pravidla. Najznámejšie je Voigtovo pravidlo, ktoré predpokladá rovnomernú deformáciu alebo Reussovo pravidlo, ktoré predpokladá rovnomerné namáhanie. Globálne mechanické vlastnosti môžeme určiť pomocou nasledujúcej rovnice [63, 65]:

$$P = \sum_i^n V_i P_i \quad , \quad (31)$$

kde V – objemový podiel zložky, P – vlastnosť materiálu.

1.6.2.2 Mikromechanický model

Mikromechanická analýza globálnych vlastností materiálu poskytuje celkové správanie objemového (bulk) materiálu na základe známych vlastností jednotlivých komponentov a ich detailnej interakcie. Na druhej strane, správanie sa heterogénnej štruktúry má byť známe pomocou výpočtových modelov. Hlavnou myšlienkou analýzy je zachytenie správania sa materiálu na základe jeho mikroštruktúrnych aspektov. Mikromechanický model môžeme používať v rôznych úrovniach mikroštruktúry.

Výhodou mikromechanického modelu pri modelovaní vlastností ocelí je to, že môže popísať ich mikroštruktúru v niekoľkých úrovniach, ktoré všetky ovplyvňujú výsledné globálne vlastnosti ocele:

1. štruktúra jednotlivých atómov v priestore, ktoré ovplyvňujú elektrické, magnetické, tepelné a elastické správanie sa materiálu.
2. usporiadanie atómov v priestore, v ktorom väčšina kovov má pravidelné atómové usporiadanie. Kryštalová štruktúra každej komponenty ovplyvňuje mechanické vlastnosti kovov, a to napr. ťažnosť a pevnosť ocele.

3. štruktúra jednotlivých zŕn – kryštalová štruktúra zŕn mení svoju orientáciu v rámci jednotlivých zŕn a tým má významný vplyv na vlastnosti materiálu.
4. Typ, veľkosť, rozmiestnenie a množstvo danej komponenty môžu mať vplyv na globálne vlastnosti materiálu.

Modelovanie mikroštruktúry na prvých 3 úrovniach je číselne veľmi náročné, experimentálne ťažko overiteľné a cenovo nevýhodné. Preto je jednoduchšie a časovo menej náročné modelovať na štvrtej úrovni, kde každý komponent môžeme považovať za homogénnu a izotropnú časť, od atómovej úrovne až po úroveň zŕn. Pri modelovaní materiálu, zachytenie jeho základného správania si vyžaduje určitú veľkosť objemového elementu, ktorý stelesňuje základne rysy mikroštruktúry a to nie je možné na nižších úrovniach.

Postup pri mikromechanickom modelovaní [63]:

1. Výber vhodného rozsahu, v ktorom bude jav najlepšie popísaný.
2. Pozorovanie základných mikroštruktúr, ktoré ovplyvňujú výsledok modelovania.
3. Využitie konštitutívnych vzťahov pre mikrozložkové uvažovanie.
4. Využitie správneho rozhrania medzi zložkami.

1.6.2.3 Stochastický mikromechanický model pohyblivých okien

Tento model je založený na predpoklade existencie reprezentatívneho objemového elementu (representative volume element – RVE), ktorý je oveľa väčší ako makroúroveň, ktorá zodpovedá napr. charakteristickej veľkosti vlákien v kompozite, veľkosti zrna v kove alebo keramiky a pod., ktorý môže mať za následok konvergenciu tuhosti alebo poddajnosti materiálu. Tento prístup je vhodný pre charakterizáciu materiálu s náhodnou mikroštruktúrou. Hlavnou výhodou tejto metódy je, že nemusíme dopredu poznať tvar, veľkosť rozloženia inklúzií, pretože je založený na využití digitalizovaných obrazov mikroštruktúry. Účinná veľkosť obrazu predstavuje správanie sa reálneho materiálu [63].

1.6.2.4 Mikromechanický model buniek

Mikromechanický model buniek je založený na pochopení miestnej mechaniky a mechanizmov, ktorými sa riadia makroskopické deformácie heterogénnych tuhých látok. Existujú tri základné funkcie mikromechanického modelu buniek:

1. Geometrická definícia reprezentatívneho objemového elementu (RVE), ktorý stelesňuje základné rysy mikroštruktúry. Výrazným rysom mikromechanického modelu buniek je prechod od média s periodickou mikroštruktúrou k ekvivalentnému homogénemu kontinuu, ktoré účinne predstavuje kompozitný materiál. V dvojfázovej mikroštruktúre v periodickom priestore, reprezentatívny objemový element predpokladá deformáciu opakujúcim sa spôsobom a každý reprezentatívny objemový element sa podobá susednej bunke vo všetkých aspektoch.
2. Konštitutívny opis mechanického správania sa každej fázy a vo vhodných prípadoch aj správania sa hranice rozhrania – správania jednotlivých buniek je nutné vykonávať pomocou mikromechanického modelu. Nie je to heterogénne správanie sa systému, ale je to jednozložkové alebo jednofázové správanie, ktoré môže byť stanovené mechanickými skúškami. Umožňuje skúmať všetky účinky kombinácie fáz alebo komponentov rôznej veľkosti, morfológie, distribúcie a objemového podielu len s prvkami mechanického správania.
3. Homogenizačné postupy pre makroskopické mechanické správanie celku sú založené na reakcii reprezentatívneho objemového elementu. Makroskopické napätia sú počítané na základe priemerného napätia jednotlivých komponentov:

$$S_{ij} = \frac{1}{V} \int_V \sigma_{ij} dV \quad , \quad (32)$$

$$E_{ij} = \frac{1}{V} \int_V \varepsilon_{ij} dV \quad , \quad (33)$$

kde S_{ij} a E_{ij} sú priemerné napätia alebo deformácie v jednotlivých makroskopických komponentoch. Makroskopické globálne správanie môžeme priblížiť ako súhrn objemového priemeru mikromechanického sa správania [63].

2 Zhrnutie literárnych poznatkov

Cieľom dizertačnej práce je vytvoriť model, ktorý by predpovedal globálne mechanické vlastností tenkých oceľových plechov na základe lokálnych mechanických vlastností jednotlivých komponentov nameraných pomocou DSI. Na vytvorenie materiálového modelu je potrebné poznať nasledujúce informácie:

1. Na meranie lokálnych mechanických vlastností existuje veľa experimentálnych metód [3]. Vo väčšina prácach [66, 67] sa merajú mechanické vlastnosti jednotlivých komponentov pomocou DSI, lebo pomocou jedinej skúšky získame viacero materiálových parametrov. Hlavnou nevýhodou DSI je, že na meranie vplýva veľa faktorov. Najvýznamnejšiu úlohu zohráva pile-up. Pile-up nadhodnocuje hodnoty H_{IT} až o 60 % a hodnoty E_{IT} o 30 % [14]. Ďalším významným faktorom je ISE, ktorý je založený na tom, že H_{IT} je v malých hĺbkach väčšia ako vo väčších hĺbkach. Efekt sa stáva zreteľnejší, keď je indentácia plytšia ako 10 μm , čo zohráva významnú úlohu pri meraní lokálnych mechanických vlastností materiálu [22, 23]. Jedným z najdôležitejších faktorom pre spoľahlivé výsledky pri DSI je príprava povrchu vzorky, ktorá by mala mať minimálny vplyv na namerané mechanické vlastnosti. Pri nedodržaní postupu pri príprave povrchu vzorky dochádza k rozptylu nameraných hodnôt takým spôsobom, že sú do materiálu vnesené určité zvyškové napätia, ktoré nadhodnocujú namerané hodnoty H_{IT} [36].
2. Meranie pomocou DSI poskytuje účinný spôsob merania mechanických vlastností homogénnych materiálov. Pri meraní jednotlivých fáz v multifázovom materiály vznikajú plno problémov, čomu je potrebné zabrániť. Preto sa v prácach [40, 41] merajú mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov pomocou indentačnej mriežkovej metódy, ktorá je založená na veľkom počte indentácii, ktoré sa následne štatisticky vyhodnotia.
3. Makroskopické (globálne) mechanické vlastnosti polykryštalického materiálu sú závislé od mikroštruktúry, kryštalografickej orientácii zrna, hranici zrn a pod.. Kryštalografická orientácia zrn sa v práci [68] určuje pomocou EBSD metódy, lebo umožňuje presnú lokalizáciu vtláčku v danej mikroštruktúre. V prácach [59, 60] zistili, že hranica zrna má iné vlastnosti ako vnútro zrna.
4. Na modelovanie globálnych mechanických vlastností ocelí sa najčastejšie používa mikromechanická technika modelovania, pretože poskytuje celkové správanie

objemového (bulk) materiálu na základe známych vlastností jednotlivých komponentov a ich detailnej interakcie. Modelovanie vlastností na atómovej a elektrónovej úrovni je veľmi náročné, preto sa v prácach [63, 69] modelujú globálne mechanické vlastnosti na mikroštruktúrnej úrovni. V práci [66] používajú najjednoduchšiu mikromechanickú techniku modelovania globálnych vlastností oceli a to zmiešavacie pravidlo. Zmiešavacie pravidlo určuje globálne vlastnosti ako súčet objemového podielu jednotlivých zložiek a ich individuálnych vlastností.

Na základe zhrnutia literárnych poznatkov, na vytvorenie materiálového modelu chýbajú nasledujúce poznatky:

1. Určiť koeficienty pre indentačnú tvrdosť a pre indentačný modul, ktorých základom je pomer výšky pile-upu $h_{\text{pile-up}}$ a kontaktnej hĺbky h_c . Podľa týchto koeficientov by sme vedeli získať reálne hodnoty mechanických charakteristík materiálu z dát analyzovaných Oliver&Pharr metódou v prípade, keď na meranie vplyva pile-up.
2. Určiť vhodnú prípravu povrchu vzorky, ktorá by dokázala zviditeľniť mikroštruktúrne komponenty bez toho, aby mala vplyv na namerané mechanické charakteristiky materiálu.
3. Zmerať mechanické charakteristiky jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov v rôznych akostiach ocelí s jemnozrnnou mikroštruktúrou, pri ktorých veľkosť vtláčku je porovnateľná s veľkosťou mikroštruktúrneho komponentu.
4. Určiť vplyv hranice zrna na globálne mechanické vlastnosti ocele.
5. Určiť vplyv kryštalografickej orientácie zrna na globálne mechanické vlastnosti tenkých oceľových plechov.
6. Určiť vhodnosť použitia zmiešavacieho modelu na modelovanie globálnych mechanických vlastností oceľových materiálov.

3 Tézy dizertačnej práce

Cieľom dizertačnej práce je vytvoriť vhodný model, ktorý by umožňoval na základe experimentálne nameraných lokálnych mechanických vlastností jednotlivých štruktúrnych zložiek a údajov o štruktúre „poskladať“ (získať) vlastnosti celej štruktúry – globálneho materiálu. Na základe teoretického rozboru problematiky boli stanovené nasledovné tézy dizertačnej práce:

1. Optimalizácia podmienok merania a kvantifikácia vplyvov, pôsobiacich na meranie pomocou DSI

Na meranie lokálnych mechanických charakteristík materiálov vplyvujú nielen skúšobné postupy a podmienky merania, ale aj faktory, ktoré vyplývajú z materiálových charakteristík a z konštrukčného hľadiska tvrdomeru. Aby bolo možné vlastnosti materiálu reprodukovateľne merať a navzájom porovnávať, musíme určiť optimálne podmienky merania a vyčíslieť vplyv jednotlivých faktorov.

2. Výber mechanických vlastností materiálu na vytvorenie materiálového modelu

Na meranie lokálnych mechanických vlastností sa použije DSI, ktorej hlavná výhoda spočíva v tom, že pomocou jednej skúšky môžeme zistiť viaceré mechanické charakteristiky, akými sú indentačná tvrdosť, indentačný modul, indentačná práca.

3. Výber vhodného materiálu na modelovanie

Hlavnou podmienkou výberu vhodného materiálu na vytvorenie materiálového modelu je, aby mal širokú škálu mikroštruktúr od jednoduchej po zložitú s odlišným mechanickým správaním, aby patril medzi často používané materiály.

4. Definícia mierky lokálnej a globálnej oblasti

Aby bolo možné vytvoriť model globálnych vlastností na základe nameraných lokálnych vlastností (indentačná tvrdosť, indentačný modul, index plasticity) je potrebné definovať pojem lokálne mechanické vlastnosti a následne určiť veľkosť oblasti, na ktorú sa budú modelovať mechanické vlastnosti.

5. Vytvorenie databázy mechanických charakteristík jednotlivých štruktúrnych fáz ocelí a určenie vplyvu mikroštruktúrnych zložiek

Na základe merania sa vytvorí databáza mechanických charakteristík mikroštruktúrnych komponentov a ďalších mikroštruktúrnych zložiek (hranice zrna a kryštalografická orientácia) v oceli v závislosti od veľkosti zrna a chemického zloženia ocelí.

6. Vytvorenie materiálového modelu na základe vykonaných experimentov

Na základe rozboru literárnych poznatkov a experimentálnych výsledkov bude cieľom vytvoriť materiálový model globálnych mechanických vlastností a určiť vplyv jednotlivých mikroštruktúrnych faktorov (hranica zrna, kryštalografická orientácia zrna) na globálne mechanické vlastnosti.

7. Overenie vytvoreného modelu

Základom bude analyzovať výstupy z modelu a overiť, či sa zhodujú s experimentálne nameranými hodnotami.

4 Experimentálna časť práce

Táto práca nadväzuje na už existujúce práce a riešené projekty. Ako experimentálny materiál boli vybraté tenké ocelové plechy na základe poznatkov z predchádzajúcich prác, ktoré nám umožnili ich komplexné posúdenie.

Práca sa zaoberá modelovaním globálnych mechanických vlastností, kde vstupné údaje do modelu sú experimentálne získané mechanické vlastnosti jednotlivých komponentov, ktoré boli merané na nanoindentore CSM Instruments, ktorý je k dispozícii v laboratóriu Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technológie a inovace na Technickej univerzite v Liberci. Pre generovanie sily sa používa špeciálny pohon s vysokým rozlíšením, ktorý slúži ku kontinuálnemu snímaniu hĺbky vtláčku. Teoretický rozsah zaťaženia udávaný výrobcom je od 0,1 do 500 mN. Indentačné dáta boli analyzované metódou O&P pomocou softwaru Instrum X. Po indentácii sa poloha vtláčku zisťovala pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu (REM) UHR FE-SEM Carl Zeiss Ultra Pluss s teoretickým rozlíšením udávaným výrobcom 1 nm pri urýchľovacom napätí 15 kV. Pri niektorých vzorkách sa určovala kryštalografická orientácia pomocou EBSD metódy na REM, ktorý bol vybavený detektorom OXFORD Nordlys Nano.

Pri niektorých vzorkách sa po indentácii meral aj profil vtláčku pomocou mikroskopie rastrujúcej sondy JPK Nanowizard III, v režime mikroskopie atomárnych síl (AFM) v bezkontaktnom móde.

Niektoré experimenty sa realizovali na roztrhnutých ťahových telesách, ktoré boli získané z predchádzajúcej práce. Na roztrhnutých ťahových telesách bola už vypočítaná skutočná pozdĺžna deformácia.

4.1 Súhrn experimentálneho programu

Tab. 2 Súhrn experimentálneho programu

| Meranie | | Oceľ | F_{\max} [mN] | Mech. vlastnosť | Metódy merania | |
|---|-----------------------------|-------------------------|-------------------------|---|---------------------|------------------|
| vplyv faktorov na meranie | príprava povrchu vzorky | chem. leptanie | X, H, DP6 | 5 | H_{IT} , E_{IT} | DSI, REM, PROFIL |
| | | mech.-chem. leštenie | X, H, DP6 | 5 | H_{IT} , E_{IT} | DSI, REM, PROFIL |
| | pile-up | smer skenovania vtláčku | X | 200 | | DSI, AFM |
| | | zaťaženie | X, H, DP6 | 100, 200, 300, 400, 500 | | DSI, AFM |
| | | deformácia | X, H, DP6 | 200, 400 | | DSI, AFM, TŠ |
| | mikroštruktúra | X, H, DP6 | 5 | | DSI, REM, AFM | |
| | ISE | X, H, DP6 | 100, 200, 300, 400, 500 | H_{IT} | DSI | |
| mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov | smer valcovania | priečna rovina | X | 5 | H_{IT} | DSI, REM |
| | | pozdĺžna rovina | X | 5 | H_{IT} | DSI, REM |
| | | rovina valcovania | X | 5 | H_{IT} | DSI, REM |
| | hranica zrna | X, H, DP6, DP1 | 5 | H_{IT} , ω_{plast} , E_{IT} | DSI, REM | |
| | kryštalografická orientácia | X, H, DP6, DP1 | 5 | H_{IT} , ω_{plast} , E_{IT} | DSI, REM, EBSD | |
| | deformácia | X, H | 5 | H_{IT} , ω_{plast} | DSI, REM, TŠ | |
| Model globálnych mech. vlastností | hranica zrna | X, H, DP6, DP1 | | H_{IT} , ω_{plast} | | |
| | kryštalografická orientácia | X, H, DP6, DP1 | | H_{IT} , ω_{plast} | | |

X – XSG, H – HR 45, DP6 – DP 600, DP1 – DP 1000, DSI – inštrumentovaná indentačná metóda, PROFIL. – profilometer, TŠ – ťahová skúška

4.2 Materiál a použité experimentálne metodiky

4.2.1 Experimentálne materiály

Experimenty boli realizované na tenkých oceľových plechoch, ktoré sa používajú na karosérie automobilov: XSG, HR 45, DP 600 a DP 1000. Vzorky XSG a HR 45 boli odobraté z hlbokoľážnych laserovo zvaraných prístrihov od firmy Arcelor. Výrobcom oceľových vzoriek ocele DP 1000 je firma SSAB Sweden Tunplate.

1. XSG je oceľ bez interstícií s feritickou mikroštruktúrou, Obr. 20.
2. HR 45 je mikrolegovaná oceľ s feriticko-perlitickou mikroštruktúrou, Obr. 21.
3. DP 600 je dvojfázová oceľ s feriticko-martenzitickou mikroštruktúrou, Obr. 22.
4. DP 1000 je dvojfázová oceľ s feriticko-martenzitickou mikroštruktúrou, Obr. 23.

Charakteristická veľkosť jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov a ich objemový podiel V skúmaných ocelí je v Tab. 3. Mechanické vlastnosti a hrúbka plechu sú uvedené v Tab. 4 a chemické zloženie ocelí garantované výrobcom je v Tab. 5.

Tab. 3 Veľkosť mikroštruktúrnych komponentov D a objemový podiel komponentov V

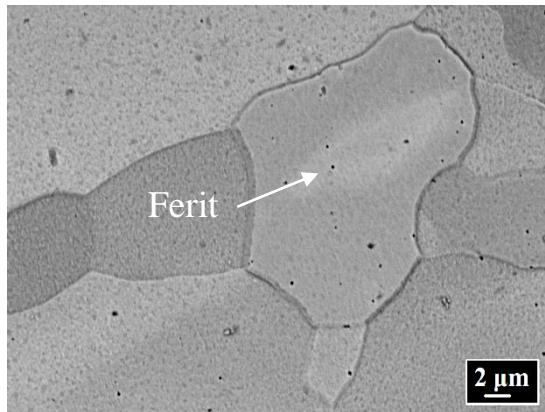
| Oceľ | D [μm] | | | V [%] | | |
|----------------|---------------------|--------|-----------|-------|--------|-----------|
| | ferit | perlit | martenzit | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 19 | - | - | 100 | - | - |
| HR 45 | 7,9 | 3,9 | - | 86 | 14 | - |
| DP 600 | 12 | - | 2,7 | 73 | - | 27 |
| DP 1000 | 10 | - | 1,8 | 23 | - | 77 |

Tab. 4 Mechanické vlastnosti ($R_p 0,2$ – zmluvná medza sklzu, R_m – medza pevnosti, A_{80} – ťažnosť, HV 1 – tvrdosť podľa Vickersa, n – exponent deformačného spevnenia) a hrúbka plechu t

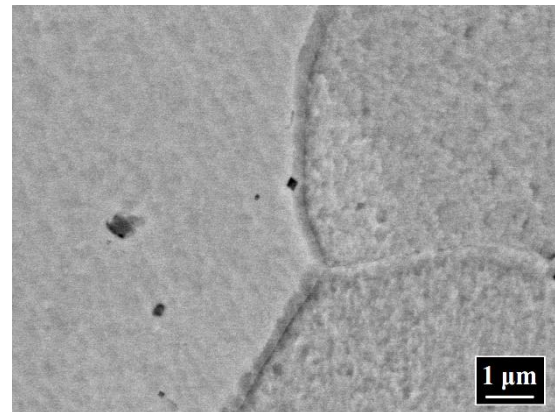
| Oceľ | $R_p 0,2$ [MPa] | R_m [MPa] | A_{80} [%] | HV 1 [-] | n [-] | t [mm] |
|----------------|--------------------|----------------|-----------------|-------------|------------|-------------|
| XSG | 177 | 286 | 47,2 | 120 | 0,211 | 1,95 |
| HR 45 | 360 R_e | 449 | 27 | 179 | 0,139 | 1,80 |
| DP 600 | 388 | 581 | 26,1 | 202 | 0,16 | 1,60 |
| DP 1000 | 795 | 1109 | 13,0 | - | - | 1,80 |

Tab. 5 Chemické zloženie ocelí [hmot. %]

| Oceľ | C | S | V | Mn | P | Si | Ti | Sn | Nb |
|----------------|--------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| XSG | 0,0013 | 0,0105 | 0,002 | 0,082 | 0,011 | 0,006 | 0,040 | 0,003 | 0,001 |
| HR 45 | 0,156 | 0,004 | 0,002 | 0,654 | 0,013 | 0,010 | 0,001 | 0,005 | 0,001 |
| DP 600 | 0,072 | 0,006 | 0,003 | 1,807 | 0,017 | 0,01 | 0,001 | 0,002 | 0,002 |
| DP 1000 | 0,15 | 0,002 | - | 1,5 | 0,010 | 0,50 | - | - | 0,015 |



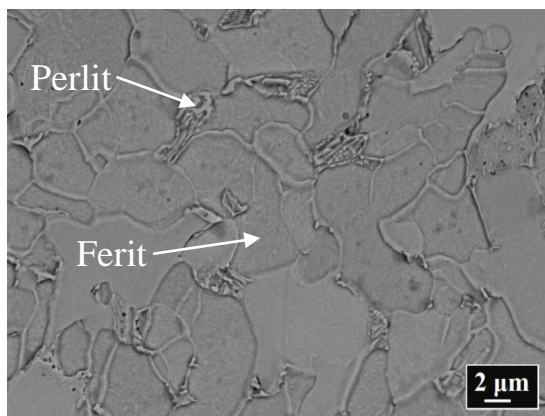
a)



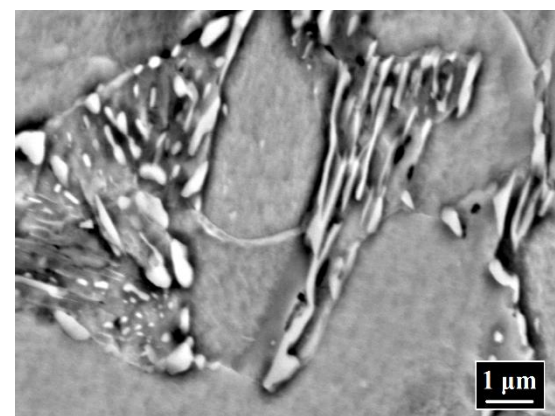
b)

Obr. 20 Mikroštruktúra ocele XSG

a) feritická (100 %) mikroštruktúra, b) detail hranice zrna



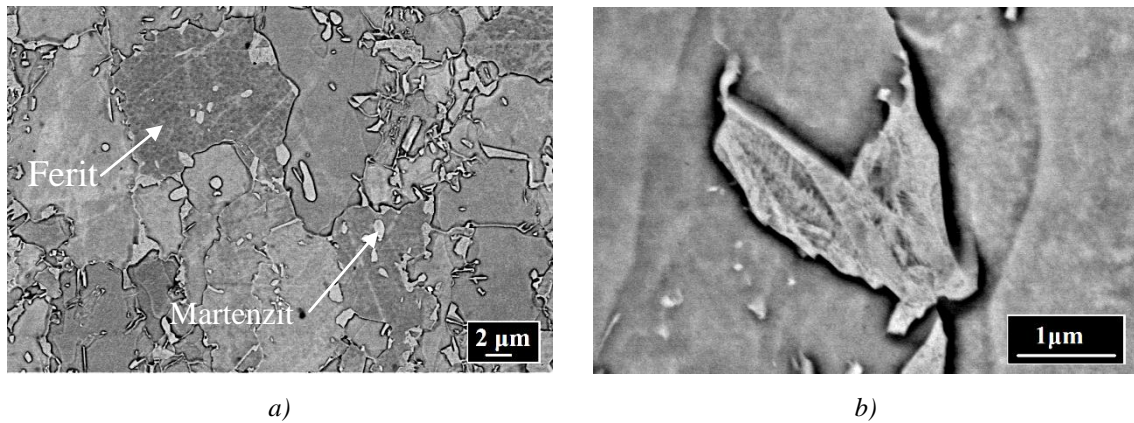
a)



b)

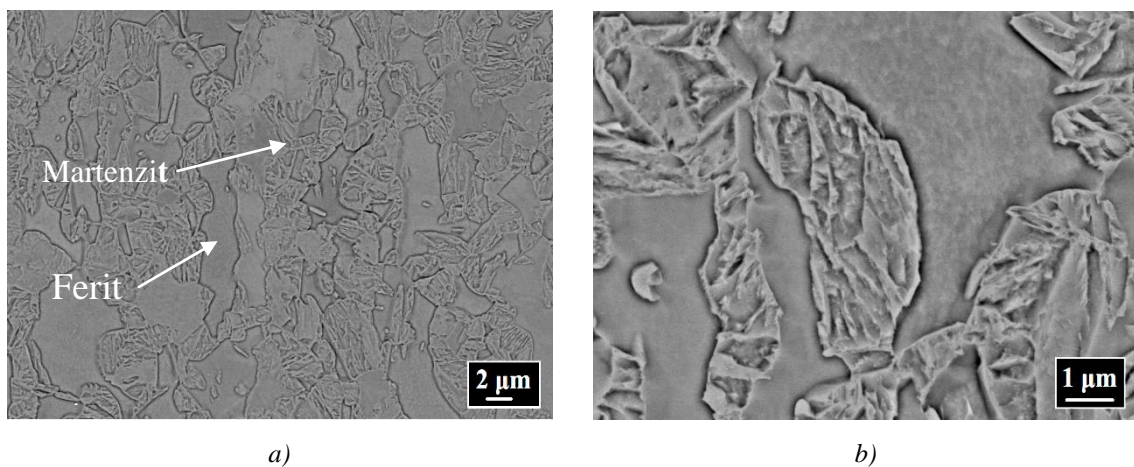
Obr. 21 Mikroštruktúra ocele HR 45

a) feriticko (86 %) – perlitická (14 %) mikroštruktúra, b) detail lamelárneho perlitu



Obr. 22 Mikroštruktúra ocele DP 600

a) feriticko (73 %) – martenzitická (27 %) mikroštruktúra, b) detail latkového martenzitu



Obr. 23 Mikroštruktúra ocele DP 1000

a) feriticko (33 %) – martenzitická (77 %) mikroštruktúra, b) detail latkového martenzitu

Percentuálny pomer jednotlivých kryštalografických rovín V_{real} v použitých oceliach je v Tab. 6, pričom objemový podiel kryštalografických rovín je získaný pomocou EBSD metódy a sú stanovované v smere normály k povrchu vzorky (pozri str. 68). Vyšetrované ocele obsahujú približne 50 % základných kryštalografických rovín t.j. (001), (101) a (111). Ostatné kryštalografické roviny sú tvorené „medzirovinami“ t.j. medzi kryštalografickými rovinami (001)/(101), (101)/(111), (001)/(111). Oceľ HR 45 má približne rovnaký percentuálny podiel všetkých kryštalografických rovín. Oceľ XSG má najväčší rozdiel medzi percentuálnymi podielmi základných kryštalografických rovín. Najväčší percentuálny podiel základných kryštalografických rovín v oceli XSG tvorí základná kryštalografická rovina (101) a najnižší percentuálny podiel tvorí základná kryštalografická rovina (001). V oceli DP 1000 nie je obsiahnutá základná kryštalografická rovina (001).

Tab. 6 Reálny percentuálny plošny podiel V_{real} [%] kryštalografických rovín (001); (101); (111) a „medzirovín“ (001)/(101); (101)/(111); (001)/(111)

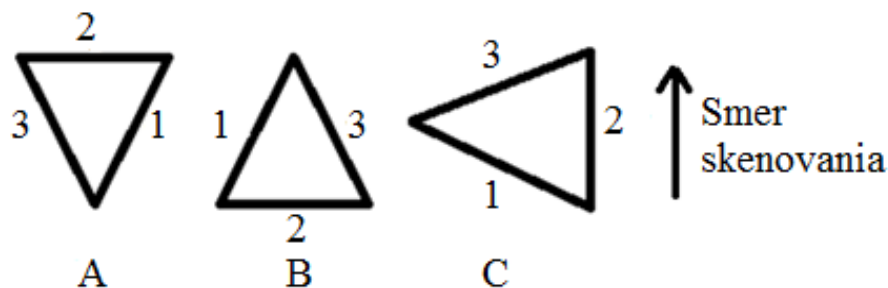
| Oceľ | (001) | (101) | (111) | (001)/(101) | (101)/(111) | (001) / (111) |
|---------|-------|-------|-------|-------------|-------------|---------------|
| XSG | 6,3 | 40,6 | 3 | 6,3 | 18,8 | 25 |
| HR 45 | 16 | 17 | 16 | 17 | 18 | 16 |
| DP 600 | 10,4 | 23,9 | 19,5 | 10,4 | 12 | 23,8 |
| DP 1000 | - | 28 | 22,8 | 17,6 | 17,6 | 14 |

4.2.2 Metodika experimentov

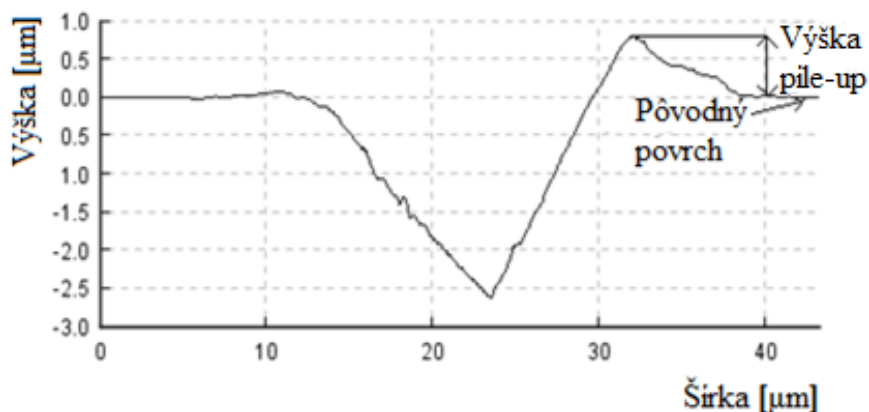
4.2.2.1 Vplyv faktorov na meranie

4.2.2.1.1 Vplyv smeru skenovania vtláčku na veľkosť pile-upu

Jeden vtláčok ocele XSG ($F_{max} = 200$ mN; $h_{max} = 1210$ nm) bol skenovaný pomocou mikroskopie rastrujúcej sondy JPK Nanowizard III v režime mikroskopie atomárnych síl (AFM) v bezkontaktnom móde v rôznych smeroch skenovania (A, B, C), Obr. 24. Jednotlivé laloky pile-upu boli označené číslicami 1, 2 a 3, pričom sa meral vplyv smeru skenovania na ich výšky $h_{pile-up}$, Obr. 25 (pozri Tab. 8, str. 75).



Obr. 24 Schéma merania vplyvu smeru skenovania vtláčku pomocou AFM na výšku pile-upu



Obr. 25 Schéma merania výšky pile-upu

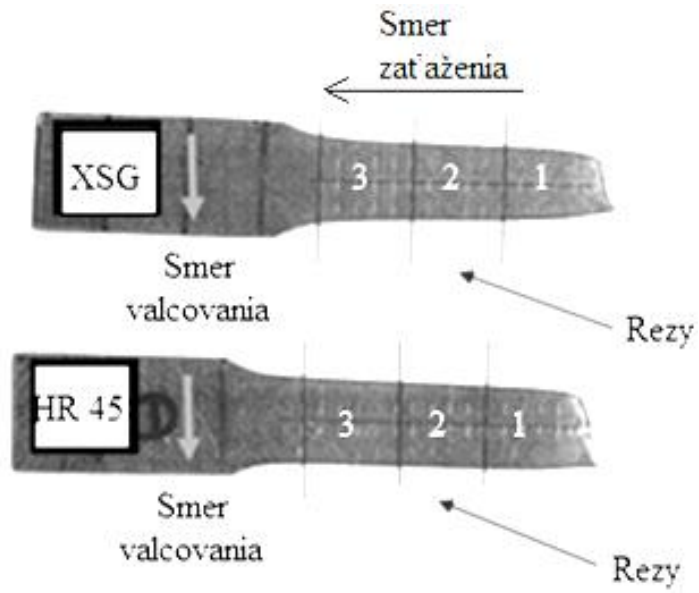
4.2.2.1.2 Vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti pri rôznej deformačnej histórii ocelových plechov

Na zistenie vplyvu skutočnej pozdĺžnej deformácie na výšku pile-upu a následne vplyvu pile-upu na mechanické charakteristiky ocelí boli použité ťahové telesá ocelí XSG, HR 45 a DP 600. Na jednotlivých ťahových telesách bola vyznačená os s krokom 4 mm a v pravidelných intervaloch bola zmeraná hrúbka a šírka ťahového telesa, Obr. 26. Po ťahovej skúške bola vypočítaná skutočná deformácia ψ v smere rovnobežnom s pozdĺžnou osou ťahového telesa (skutočná pozdĺžna deformácia) podľa vzťahu:

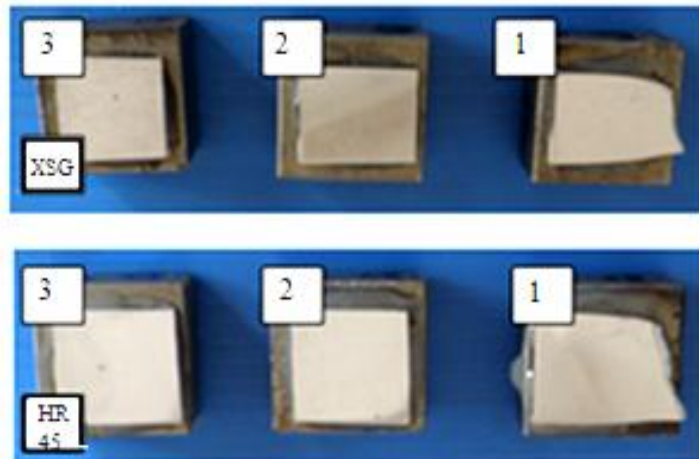
$$\psi = \ln \left(\frac{S_0}{S_{\text{real}}} \right) , \quad (34)$$

kde S_0 – plocha pôvodného prierezu skúšobnej tyče, S_{real} – plocha prierezu skúšobnej tyče po roztrhnutí v mieste merania skutočnej deformácie. Po zmeraní rozmerov sa ťahové telesá rozdelili na menšie časti a z dôvodu malej hmotnosti sa nalepili voskom pri teplote 90° C na pevnú podložku, Obr. 27.

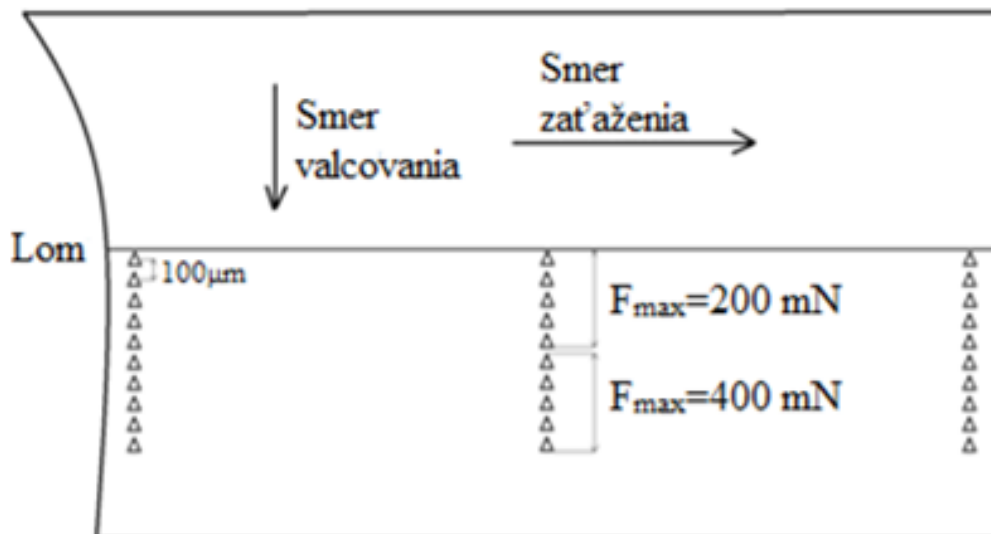
Meranie DSI sa realizovalo na časti vzorky 1, ktorá je najbližšie k lomu, ktorý vznikol pri ťahovej skúške. Meranie jednotlivých materiálov sa vykonávalo pri rovnakej vzdialenosti od lomu cca 1, 10 a 20 mm pomocou Berkovichovho indentora. Bolo robených 5 indentácií pri každej hodnote zaťaženia, pričom bola použitá konštantná rýchlosť zaťaženia 400 mN/min z 0 na maximálnu silu zaťaženia $F_{\text{max}} = (200; 400 \text{ mN})$ s výdržou na maximálnej sile 10 s a následným odľahčením konštantnou rýchlosťou 400 mN/min. Vzdialenosť medzi jednotlivými vtlačkami bola 100 μm , Obr. 28. Indentačná krivka bola analyzovaná metódou O&P. Po indentácii bola výška pile-upu meraná pomocou AFM v bezkontaktnom móde, Obr. 25. Výška pile-upu bola meraná v smere skenovania vtlačku B, Obr. 24. Vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti materiálu bol vyjadrený koeficientmi r_H pre H_{IT} a r_E pre E_{IT} (rovnice (27) respektíve (28) (pozri str. 35)). Základom týchto koeficientov je pomer priemernej výšky 3 lalokov pile-upu $h_{\text{pile-up}}$ a kontaktnej hĺbky h_c . Čím sa koeficienty r_H a r_E viac blížia k hodnote 1, tým je menší vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti materiálu. Výhodou týchto koeficientov je to, že po vyhodnotení indentačných dát pomocou O&P metódy môžeme priamo vypočítať skutočné mechanické vlastnosti materiálu bez vplyvu pile-upu. Namerané koeficienty r_H a r_E v závislosti od rôznej deformácie sú na Obr. 41 a Obr. 42 (pozri str. 78).



Obr. 26 Úprava ťahových telies pred leštením



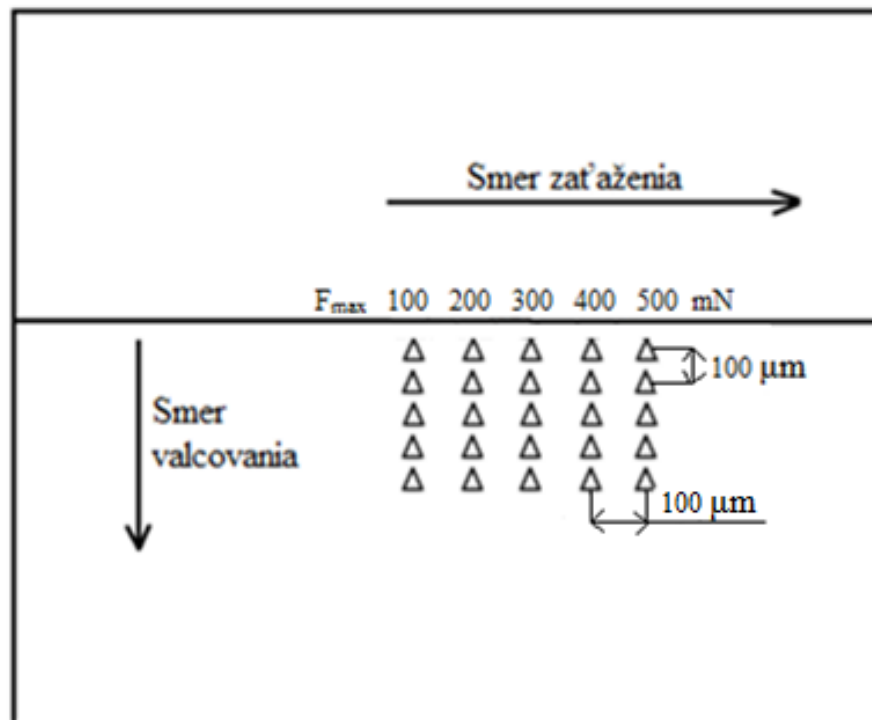
Obr. 27 Vzorky (XSG) a (HR 45) po úprave



Obr. 28 Schéma merania vplyvu pile-upu pri rôznej deformácii

4.2.2.1.3 ISE a stanovenie vplyvu pile-upu na mechanické vlastnosti pri rôznom maximálnom zaťažení

Meranie sa realizovalo pomocou Berkovichovho indentora na časti vzorky 3 ocelí XSG, HR 45 a DP 600, Obr. 27. Vykonaných bolo 5 indentácií pri každej hodnote zaťaženia, pričom bola použitá konštantná rýchlosť zaťaženia 400 mN/min z 0 na maximálnu silu zaťaženia $F_{max} = (5; 100; 200; 300; 400; 500 \text{ mN})$ s výdržou na maximálnej sile 10 s a následným odľahčením konštantnou rýchlosťou odľahčenia 400 mN/min. Pri $F_{max} = 5 \text{ mN}$ sa meral vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti (H_{IT} , E_{IT}) mikroštruktúrnych komponentov (pozri Tab. 10, str. 79) a pri $F_{max} = 100 - 500 \text{ mN}$ sa meral ISE (pozri Obr. 44, str. 80) a vplyv pile-upu na globálne mechanické charakteristiky ocelí (pozri Obr. 39, Obr. 40, str. 76). Vplyv pile-upu bol stanovený podobne ako pri vplyvu pile-upu na mechanické vlastnosti pri rôznej deformačnej histórii oceľových plechov (pozri str. 63). Vzďialenosť medzi jednotlivými vtláčkami bola $10 \mu\text{m}$ pri $F_{max} = 5 \text{ mN}$ a pri $F_{max} = 100 - 500 \text{ mN}$ bola $100 \mu\text{m}$, Obr. 29. Indentačná krivka bola analyzovaná metódou O&P. Po indentácii bola výška pile-upu meraná pomocou AFM v bezkontaktnom móde v smere skenovania vtláčku B, Obr. 24, Obr. 25. Poloha vtláčkov sa zisťovala pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu (REM).



Obr. 29 Schéma merania vplyvu pile-upu pri konštantnej deformácii

4.2.2.2 Meranie globálnych mechanických vlastností ocelí a lokálnych vlastností mikroštruktúrnych komponentov

Cieľom bolo stanoviť mechanické charakteristiky komponentov ocelí a vplyv ďalších mikroštruktúrnych faktorov na mechanické vlastnosti komponentov, ktoré sa použijú na modelovanie globálnych mechanických vlastností.

Príprava metalografickej vzorky

Vzorky ocelí XSG, HR 45, DP 600 a DP 1000 boli po zaliatí do dentacrylu pripravené podľa vopred otestovanom technologickom postupe podľa Tab. 7. Vzorky boli zaliaté do dentakrylu tak, že metalografická rovina je rovina vzorky (RD - ND).

Tab. 7 Postupnosť prípravy povrchu metalografickej vzorky

| Operácia | Druh plátna | Suspenzia / veľkosť zrna | Sila [N] | Čas [min] |
|-----------------------|-------------|---------------------------------|----------|-----------|
| 1. Brúsenie do roviny | MD Primo | voda | 30 | 3 |
| 2. Jemné brúsenie | MD Largo | DiaPro Largo / 9 μm | 30 | 5 |
| 3. Leštenie | DP Dur | DiaPro Dur / 3 μm | 30 | 5 |
| 4. Leštenie | DP Dur | DiaPro Dur / 3 μm | 15 | 5 |
| 5. Leštenie | DP Nap | DiaPro Nap B / 1 μm | 10 | 5 |
| 6. Leštenie | MD Nap | DP-Susp. P / 0,25 μm | 10 | 2 |

Meranie pomocou DSI

Meranie sa realizovalo na prístroji CSM Instruments pomocou Berkovichovho indentora pri izbovej teplote, pričom bola použitá konštantná rýchlosť zaťaženia 400 mN/min z 0 na maximálnu silu zaťaženia $F_{\text{max}} = 5 \text{ mN}$ pri meraní mechanických vlastností mikroštruktúrnych komponentov a $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$ pri meraní globálnych mechanických vlastností. Potom nasledovala výdrž 10 s pri maximálnej sile a následným odľahčením konštantnou rýchlosťou odľahčenia 400 mN/min. Priemerná doba jedného indentačného cyklu bola 4 minúty pri meraní mechanických vlastností komponentov a 10 minút pri meraní globálnych mechanických vlastností. Nepredpokladá sa vplyv tepelného driftu na namerané indentačné dáta. Indentačné dáta boli analyzované metódou O&P pomocou softwaru Instrum X. Po indentácii sa poloha vtláčku zisťovala pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu (REM) Zeiss Ultra Plus.

4.2.2.2.1 Globálne mechanické vlastnosti

Cieľom bolo určiť globálne (bulk) mechanické vlastnosti ocelí (H_{IT} , ω_{plast}) (pozri Tab. 32, str. 101). Záverečná príprava metalografického výbrusu bola mechanicko-chemické leštenie na koloidnej suspenzii SiO_2 . Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 3 x 1. Vzďialenosť medzi jednotlivými stredmi vtlačkov bola 100 μm .

4.2.2.2.2 Vplyv drsnosti povrchu vzorky Ra na mechanické charakteristiky mikroštruktúrnych komponentov

Finálna príprava povrchu vzorky pozostávala z:

1. Mechanicko-chemického leštenia: OPS – koloidná suspenzia SiO_2 .
2. Chemického leptania: nital – 4 % roztok alkoholu a HNO_3 .

Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 9 x 5. Mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov boli počítané iba z vtlačkov, ktoré boli vo vzďialenosti od hranice zrna väčšej, ako je strana vtlačku. Plošný profil povrchu vzorky sa meral na profilometri pri nasledujúcich podmienkach: zaoblenie hrotu 2 μm , rozsah 6,5 μm , použité zaťaženie 8 mg, rýchlosť 300 $\mu m/s$. Stanovoval sa vplyv drsnosti povrchu vzorky na mechanické vlastností (H_{IT} , E_{IT}) mikroštruktúrnych komponentov (pozri Tab. 12, Tab. 13, str. 82), pričom výsledné drsnosti povrchu vzorky sú v Tab. 11 (pozri str. 81).

4.2.2.2.3 Meranie mechanických vlastností mikroštruktúrnych komponentov a vplyv hraníc zrn na mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov

Cieľom bolo stanoviť mechanické vlastnosti (H_{IT} , E_{IT} , ω_{plast}) mikroštruktúrnych komponentov a vplyv hranice zrna na mechanické vlastností komponentov. Záverečná príprava metalografického výbrusu pozostávala z mechanicko-chemického leštenia na koloidnej suspenzii SiO_2 . Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 9 x 5. Vzďialenosť medzi jednotlivými stredmi vtlačkov bola 10 μm .

Párovanie mechanických vlastností do príslušnej komponenty každého vtlačku bolo vykonané nasledovne:

1. Mechanické vlastnosti komponentov s ignorovaním hraníc zrn: mechanické vlastnosti komponentov boli počítané iba z vtlačkov vo vnútri zrn, to je vtlačky, ktoré sa nachádzali vo vzďialenosti od hranice zrn menšej, ako je strana vtlačku sa vynechali z hodnotenia. Potom nasledovala kontrola

všetkých zostávajúcich dát; vtlačky, v ktorých sa experimentálne údaje výrazne odlišovali od priemerných mechanických vlastností boli tiež odstránené z hodnotenia, pretože mechanické vlastnosti mohli byť ovplyvnené mäkkou maticou. Namerané mechanické vlastnosti komponentov s ignorovaním hraníc zŕn sú v Tab. 16, Tab. 17, Tab. 18 (pozri str. 83, 84).

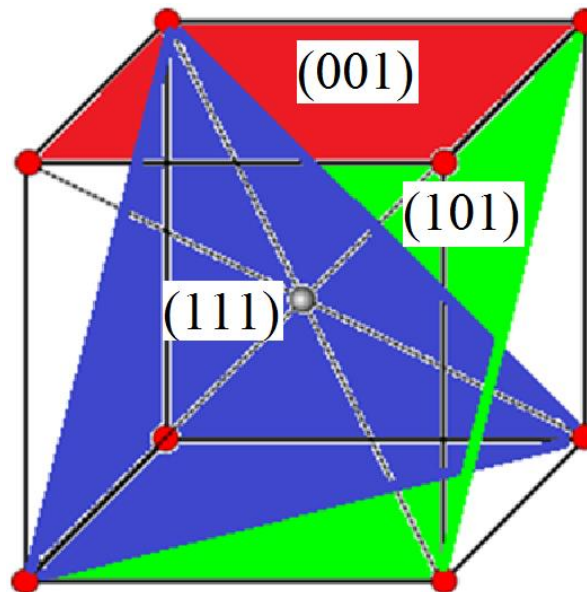
2. Mechanické vlastnosti komponentov s uvažovaním hraníc zŕn: Mechanické vlastnosti komponentov boli počítane zo všetkých vtlačkov nachádzajúcich sa vo vnútri zrna, v blízkosti hraníc zŕn, ale aj na hraniciach zrna resp. medzifázovom rozhraní. Vtlačok na hranici zrna bol zarátaný do mechanickej vlastnosti toho komponentu, v ktorom sa nachádzala väčšia časť. Namerané mechanické vlastnosti komponentov s uvažovaním hraníc zŕn sú v Tab. 21, Tab. 22 (pozri str. 89).

4.2.2.2.4 Vplyv kryštalografickej orientácie zrna na mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov

Cieľom bolo stanoviť vplyv kryštalografickej orientácie na mechanické vlastnosti (H_{IT} , E_{IT} , ω_{plast}) feritického zrna (pozri Tab. 24, Tab. 25, Tab. 26, str 91, 92). Vplyv kryštalografickej orientácie na mechanické vlastnosti perlitickej komponenty v oceli HR 45 nebol určovaný z dôvodu jemnozrnnej štruktúry, pretože vtlačok bol väčší ako veľkosť daných komponentov perlitu. Podobne ako v oceli HR 45, nebol určovaný vplyv kryštalografickej orientácie na mechanické vlastnosti martenzitickej komponenty v oceliach DP 600 a DP 1000 z dôvodu jemnozrnnej štruktúry jednotlivých latiek martenzitu.

Záverečná príprava metalografického výbrusu bola mechanicko-chemické leštenie na koloidnej suspenzii SiO_2 . Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 10 x 11. Vzdialenosť medzi jednotlivými vtlačkami bola 8 μm . Kryštalografická orientácia jednotlivých zŕn bola určená pomocou metódy EBSD v REM, ktorý bol vybavený detektorom OXFORD Nordlys Nano. EBSD metóda bola realizovaná na ploche cca 100 x 100 μm^2 s použitým krokom 300 nm a sklonom vzorky 70°. Získané dáta boli analyzované pomocou softwaru HKL Channel 5. Program popisuje orientáciu vzorky pomocou kryštalografických rovín a Eulerových uhlov (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2). Vzhľadom k predpokladanej rotačnej symetrii kubického priestorovo centrovaného kryštálu je prezentovaný iba príslušný uhol ϕ_2 , ktorého hodnota sa pohybuje od 0 po 45°. Uhol ϕ_2

je uhol otáčania kryštálu od roviny (001) do roviny (101), Obr. 30. Mechanické vlastnosti kryštalografických orientácií sú s ignorovaním hraníc zŕn (pozri str. 67, 68).



Obr. 30 Základné kryštalografické roviny v kubickej priestorovo centrovanej mriežke

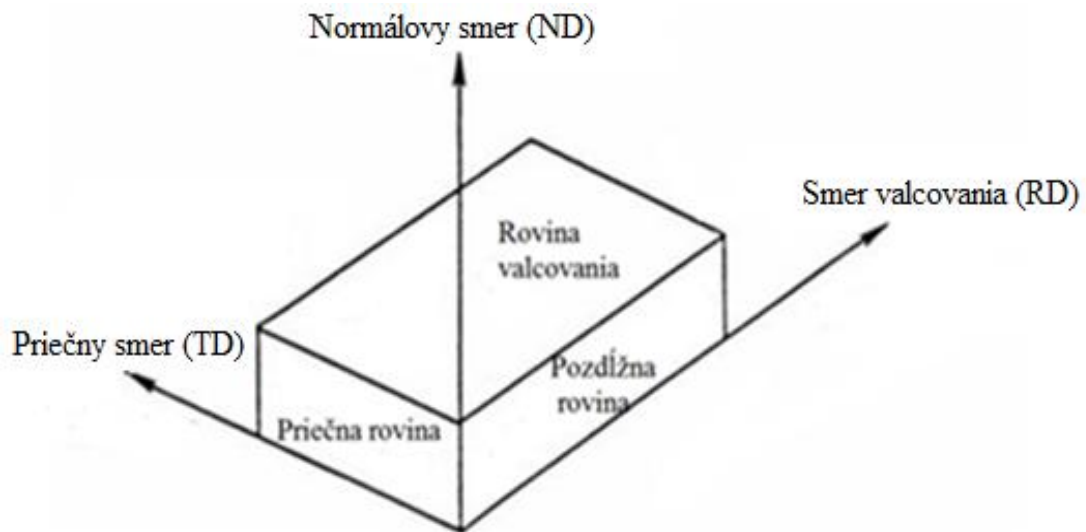
4.2.2.2.5 Vplyv rôznej deformačnej histórie oceľových plechov na mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov

Meranie sa vykonávalo na roztrhnutých ťahových telesách ocelí XSG a HR 15, Obr. 26. Záverečná príprava metalografického výbrusu pozostávala tiež z mechanicko-chemického leštenia na koloidnej suspenzii SiO_2 . Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 10×11 . Vzdialenosť medzi stredmi vtlačkov bola $10 \mu\text{m}$. Mechanické vlastnosti komponentov pri rôznej deformácii sú s ignorovaním hraníc zŕn (pozri str. 67, 68). Stanovoval sa vplyv skutočnej pozdĺžnej deformácie na mechanické vlastnosti (H_{IT} , ω_{plast}) komponentov v oceli (pozri. Tab. 27, str. 94), pričom skutočná pozdĺžna deformácia bola vypočítaná pomocou vzorca (34) (pozri str. 63).

4.2.2.2.6 Vplyv anizotropie oceľových plechov na mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov

Cieľom bolo stanoviť indentačnú tvrdosť H_{IT} feritu (XSG) v rôznych rovinách vzhľadom na smer valcovania oceľového plechu (pozri Tab. 14 str. 83). Záverečná príprava metalografického výbrusu bola mechanicko-chemické leštenie na koloidnej suspenzii SiO_2 . Meranie sa realizovalo v matici vtlačkov 9×5 . Vzdialenosť medzi stredmi vtlačkov bola $10 \mu\text{m}$. Meranie sa realizovalo v troch

rôznych rovinách vzhľadom na smer valcovania plechu: rovina valcovania, priečna rovina, pozdĺžna rovina, Obr. 31. Mechanické vlastnosti komponentov sú bez vplyvu hraní zŕn (pozri str. 67, 68).



Obr. 31 Schéma rôznych smerov a rovín valcovania plechu

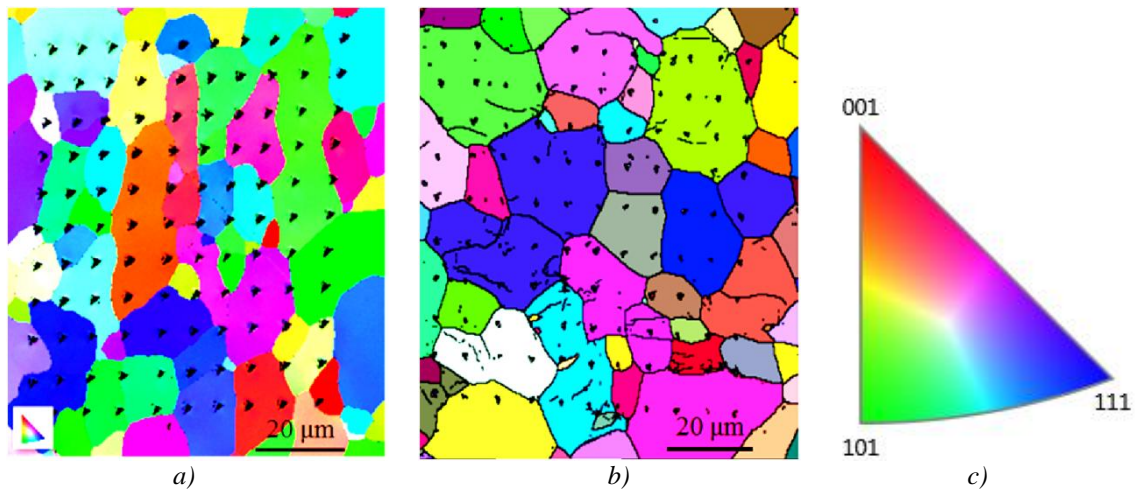
4.2.2.3 Optimalizácia podmienok mriežkovej indentačnej metódy

Meranie sa realizovalo na dvoch akostiach ocelí bez interstícií. Materiál 1 má mikroštruktúru s pretiahlymi zrnami, ktorý má priemernú plochu feritického zrna = $270 \mu\text{m}^2$, stredná dĺžka feritického zrna je $17,6 \mu\text{m}$. Materiál 2 má mikroštruktúru s rovnoosým tvarom zŕn, ktorý má priemernú plochu feritického zrna = $300 \mu\text{m}^2$, stredná dĺžka feritického zrna je $17,4 \mu\text{m}$, Obr. 32.

Meranie sa realizovalo v matici 10 x 11 vtlačkov. Vzďialenosť medzi stredmi vtlačkov bola $x = 5; 8; 10; 12; 15 \mu\text{m}$. Cieľom bolo určiť vplyv vzďialenosti medzi vtlačkami na podmienky mriežkovej indentačnej metódy (pozri Tab. 30, Tab. 31, str. 98):

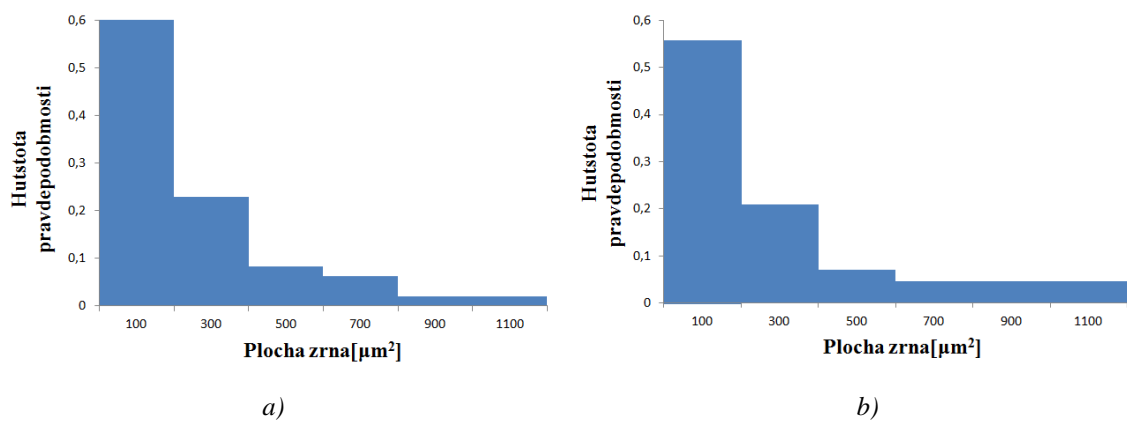
1. Počet zŕn – počet zŕn, v ktorých leží vtlačok.
2. Počet vynechaných zŕn – počet zŕn, ktoré ležia v indentačnej matici, ale vtlačok neleží v zrne.
3. Maximálny počet vtlačkov v jednom zrne – počet vtlačkov, ktoré ležia vo vnútri jedného zrna.
4. Vtlačok vo vnútri zrna (VZ) – vtlačok sa nachádza vo vzďialenosti od hranice zrna väčšej, ako je strana vtlačku.

5. Vtlačok v oblasti blízko hranice zrna (BHZ) – vtlačok sa nachádza medzi hranicou zrna a vo vzdialenosti od hranice zrna menšej, ako je strana vtlačku.
6. Na hranici dvoch rôzne orientovaných zrn resp. na medzifázovom rozhraní (HZ) – vtlačok pretína hranice zrna resp. medzifázové rozhranie.



Obr. 32 Indentačná matica v EBSD mape, $x = 8 \mu\text{m}$

- a) materiál 1 s pretiahlym tvarom zrn mikroštruktúry, b) materiál 2 s rovnoosým tvarom zrn mikroštruktúry, c) inverzný pólový obrázok



Obr. 33 Rozloženie plochy zrna

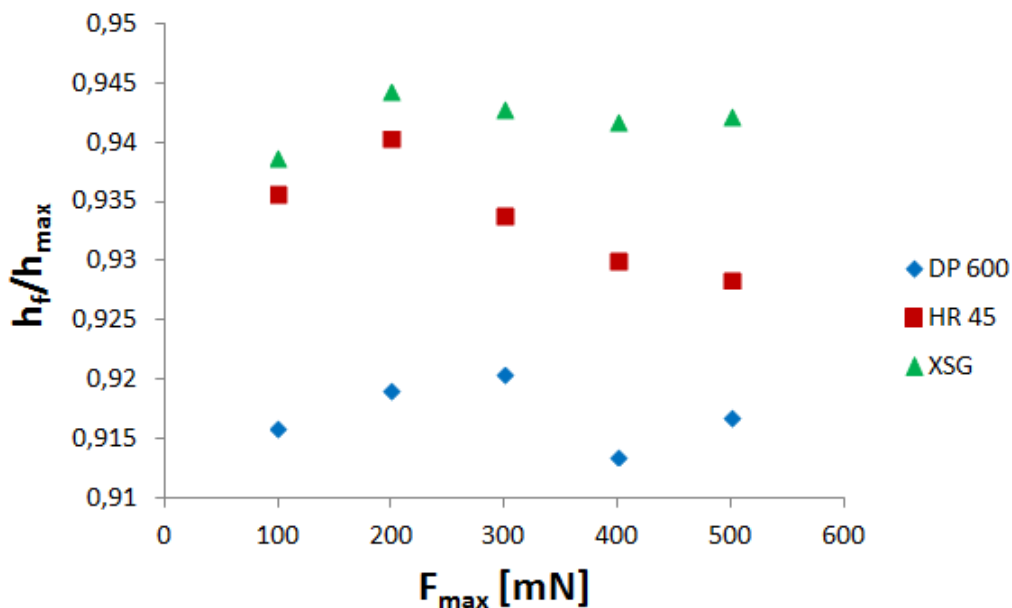
- a) materiál 1 s pretiahlym tvarom zrn mikroštruktúry, b) materiál 2 s rovnoosým tvarom zrn mikroštruktúry

5 Analýza výsledkov a diskusia

5.1 Pile-up

5.1.1 Teoretický predpoklad vzniku pile-upu

Skúmané ocele majú teoretický predpoklad vzniku pile-upu podľa pomeru R_e/E . Najväčší predpoklad k vzniku materiálového pile-upu podľa pomeru R_e/E , pri ktorom spevnenie materiálu nemá vplyv, možno pozorovať u oceli XSG, kde tento pomer je 0,000843; najmenší predpoklad k vzniku pile-upu možno pozorovať u ocele DP 600, kde pomer R_e/E je 0,00171. Na Obr. 34 je predpoklad k vzniku pile-upu podľa pomeru h_f/h_{max} pre jednotlivé zaťaženia, kde pile-up je minimálny pri pomere $h_f/h_{max} < 0,7$. Všetky ocele majú parameter $h_f/h_{max} > 0,7$, a preto majú predpoklad k vzniku pile-upu. Najväčší predpoklad k vzniku pile-upu pri skúške, podľa tohto parametra, možno pozorovať u oceli XSG. Najmenší predpoklad k vzniku pile-upu pri skúške DSI, podľa tohto parametra, možno pozorovať u oceli DP 600.

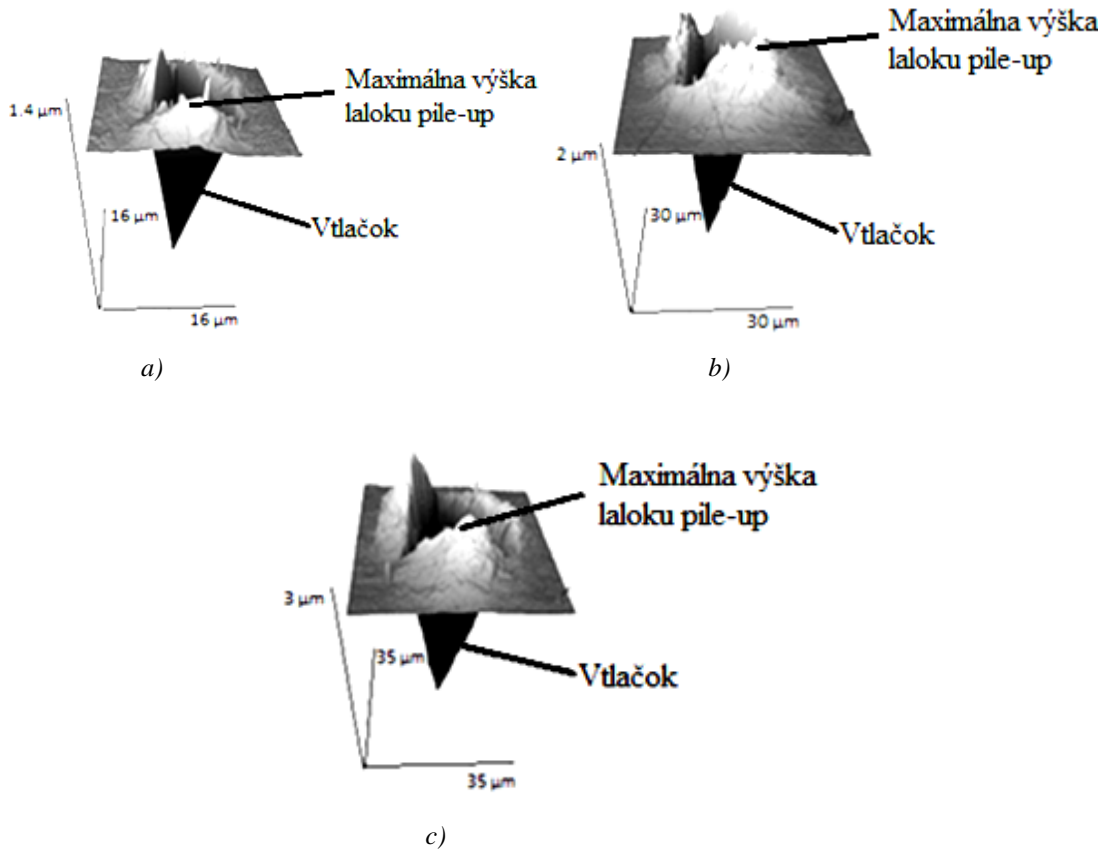


Obr. 34 Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na pomer h_f/h_{max}

5.1.2 Charakteristika materiálového pile-upu

Všeobecný tvar laloku pile-upu je vertikálne zrezaný kužeľ v jeho strede, pričom maximálna výška laloku pile-upu je v strede hrany vtláčku, Obr. 35 a). Výška laloku pile-upu nie je rovnaká na všetkých hranách vtláčku, ale každá strana vtláčku má rôznu

výšku, Obr. 35 c). Najväčší rozdiel výšok na jednom vtlačku možno pozorovať u ocele XSG, kde je rozdiel medzi jednotlivým výškami maximálne 310 % ($h_{\text{pile-up}} = 1003,560,323 \text{ nm}$; $h_{\text{max}} = 3570 \text{ nm}$) pri $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$. Štandardná odchýlka výšok pile-upu na jednom vtlačku nezávisí od F_{max} a ani od typu materiálu [70].



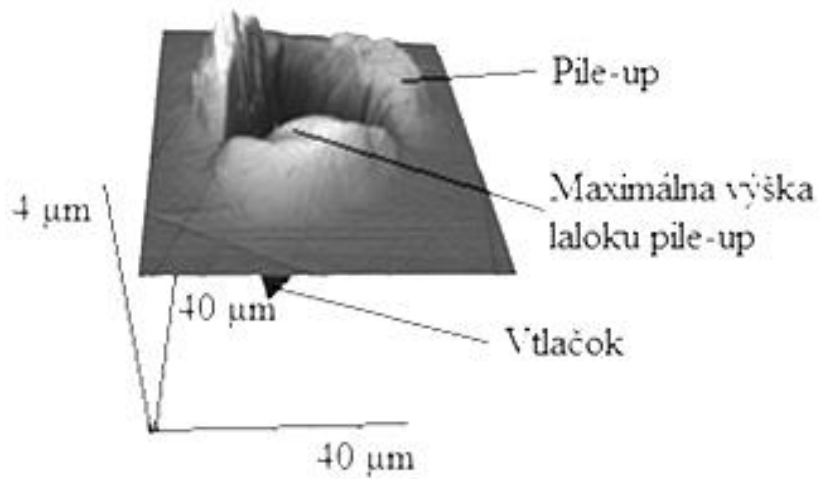
Obr. 35 Vtlačok (DP 600), zväčšenie v smere $z = 15000 \times$
 a) $F_{\text{max}} = 100 \text{ mN}$, b) $F_{\text{max}} = 300 \text{ mN}$, c) $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$ [70]

Tvar a poloha laloku pile-upu na hrane vtlačku môže mať výnimky [70]:

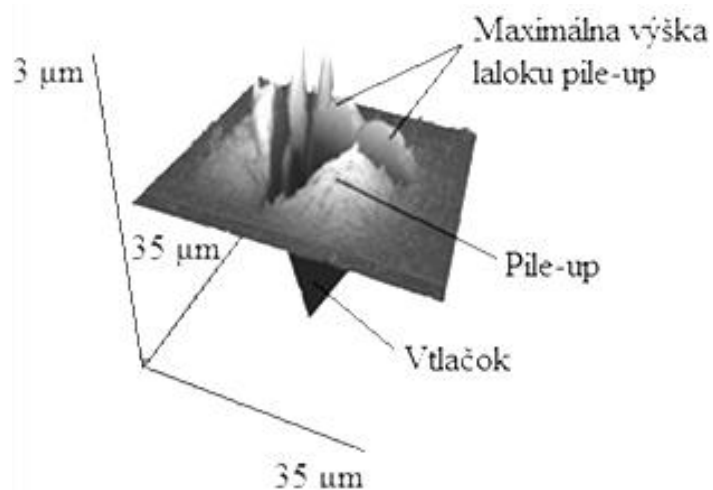
1. Maximálna výška laloku pile-upu nie je na hrane vtlačku, ale je posunutá ďalej od hrany vtlačku, Obr. 36.
2. Zmena tvaru laloku pile-upu – lalok pile-upu má po celej dĺžke hrany vtlačku rovnakú výšku, Obr. 37.
3. Lalok pile-upu má dve maximálne výšky na jednej hrane vtlačku, Obr. 38.



Obr. 36 Profil vtláčku (DP 600); $F_{max} = 100 \text{ mN}$ [70]



Obr. 37 Vtláčok (DP 600); $F_{max} = 500 \text{ mN}$ [70]



Obr. 38 Vtláčok (HR 45); $F_{max} = 200 \text{ mN}$ [70]

5.1.3 Vplyv smeru skenovania pomocou mikroskopie atomárnych síl na výšku pile-upu

Mikroskopia atomárnych síl je založená na rastrovaní povrchu vzorky pomocou ostrého hrotu. Pri veľmi veľkých výškových skokoch povrchu vzorky môže dôjsť k rozkmitaniu hrotu AFM, a tým aj k ovplyvneniu merania. Preto je nutné stanoviť optimálny smer skenovania vtláčku, pri ktorom nedôjde k rozkmitaniu hrotu AFM.

Jeden rovnaký vtláčok bol skenovaný pri rôznych smeroch skenovania (pozri Obr. 24, str. 62). Výška pile-upu je závislá od smeru skenovania pomocou AFM z dôvodu vibrácie hrotu AFM, Tab. 8. Maximálny rozdiel priemernej výšky pile-upu od smeru skenovania je 30 %.

V smere skenovania B je priemerná výška pile-upu najnižšia, pretože ako prvý je skenovaný lalok pile-upu. Výška laloku pile-upu sa postupne zvyšuje, a preto nedochádza k rozkmitaniu hrotu AFM. V smere skenovania A a C má výška pile-upu najvyššiu priemernú výšku, pretože hrot AFM najprv skenuje vtláčok. Hrana vtláčku má veľký pokles výšky, a preto dochádza k rozkmitaniu hrotu AFM, a tým pádom k ovplyvneniu merania [70].

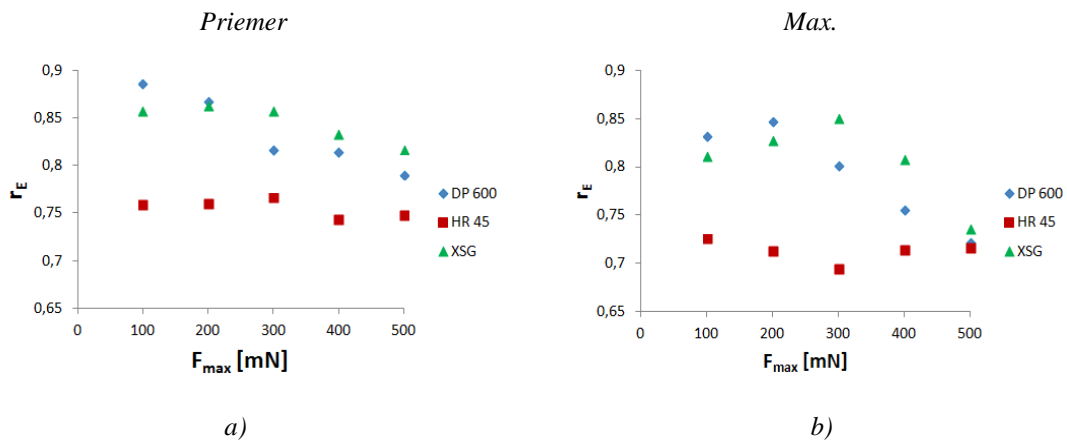
Tab. 8 Vplyv smeru skenovania vtláčku pomocou AFM na výšku laloku pile-upu [70]

| Smer skenovania | Výška 1 [nm] | Výška 2 [nm] | Výška 3 [nm] | Priemerná výška laloku 1, 2, 3 pile-upu [nm] |
|-----------------|--------------|--------------|--------------|--|
| A | 102 | 57 | 52 | 70 ± 27,5 |
| B | 78 | 24 | 54 | 54 ± 27,1 |
| C | 94 | 41 | 53 | 63 ± 28,1 |
| Priemer | 91 ± 12,5 | 40 ± 16,4 | 54 ± 3,8 | |

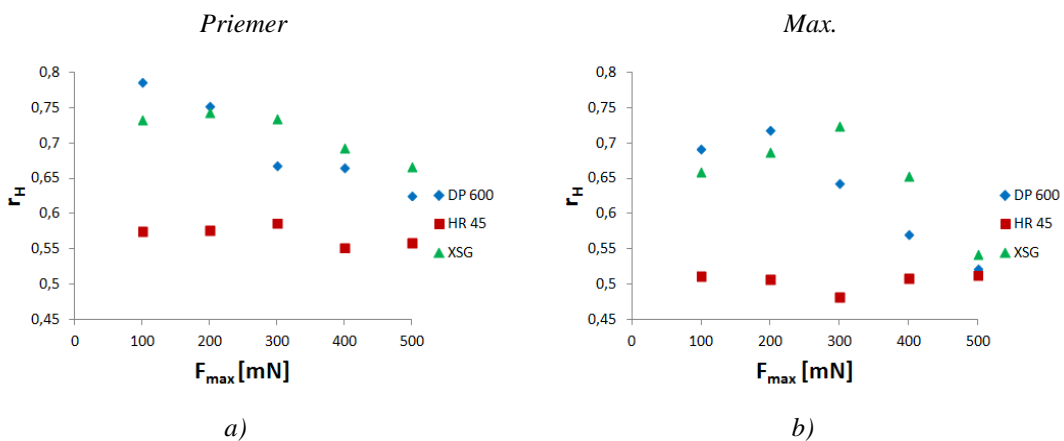
5.1.4 Vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti v závislosti od rôzneho spôsobu počítania

Výška laloku pile-upu nie je rovnaká na všetkých hranách vtláčku (pozri str. 73). Z toho dôvodu, vplyv pile-upu na mechanické charakteristiky ocelí je odlišný, ak je počítaný z priemernej výšky všetkých 3 lalokov pile-upu alebo z maximálnej výšky laloku pile-upu (rovnice (27) respektíve (28) (pozri str. 35)). Najväčší rozdiel medzi vplyvom pile-upu počítaného z priemernej výšky a maximálnej výšky pile-upu možno pozorovať u ocele XSG. Maximálny rozdiel vplyvu pile-upu na mechanické

charakteristiky od spôsobu počítania je pre tvrdosť 21 % a pre indentačný modul 10 %. Najmenší rozdiel medzi vplyvom pile-upu počítaného z priemernej výšky a maximálnej výšky pile-upu možno pozorovať u ocele DP 600. Minimálny rozdiel vplyvu pile-upu na mechanické charakteristiky oceli je 1,6 % pre tvrdosť a 0,79 % pre indentačný modul, Obr. 39, Obr. 40 [70].



Obr. 39 Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na koeficient r_E pre indentačný modul
a) r_E počítaný z priemernej výšky pile-upu, b) r_E počítaný z maximálnej výšky pile-upu [70]



Obr. 40 Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na koeficient r_H pre indentačnú tvrdosť
a) r_H počítaný z priemernej výšky pile-upu, b) r_H počítaný z maximálnej výšky pile-upu [70]

5.1.5 Pile-up pri rôznom maximálnom zaťažení

Na Obr. 39 a) a Obr. 40 a) je znázornený vplyv veľkosti zaťaženia na hodnoty koeficientov r_H a r_E (rovnice (27) respektíve (28) (pozri str. 35)). Ako vyplýva z grafov, došlo k miernemu poklesu koeficientov r_H a r_E so zvyšujúcim sa zaťažením F_{max} pri všetkých materiáloch, čiže so zvyšujúcim sa zaťažením rastie vplyv pile-upu na H_{IT} a E_{IT} . Pile-up má väčší vplyv na H_{IT} ako na E_{IT} . Najmenší vplyv pile-upu

na mechanické vlastnosti možno pozorovať u ocele XSG. Najvyšší vplyv pile-upu na hodnoty mechanických charakteristík bol pozorovaný u ocele HR 45, Tab. 9 [71].

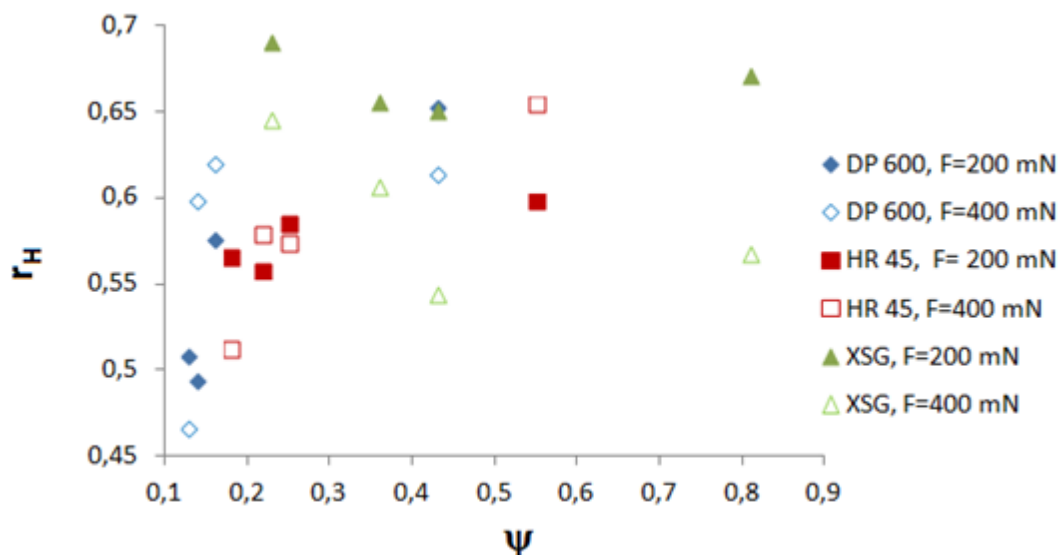
Tab. 9 Vplyv maximálneho zaťaženia F_{max} na koeficient r_H pre indentačná tvrdosť a na r_E pre indentačná tvrdosť [71]

| | r_H | | r_E | |
|---------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | $F_{max} = 100 \text{ mN}$ | $F_{max} = 500 \text{ mN}$ | $F_{max} = 100 \text{ mN}$ | $F_{max} = 500 \text{ mN}$ |
| XSG | 0,72 | 0,67 | 0,85 | 0,82 |
| HR 45 | 0,57 | 0,56 | 0,76 | 0,75 |
| DP 600 | 0,79 | 0,63 | 0,89 | 0,79 |

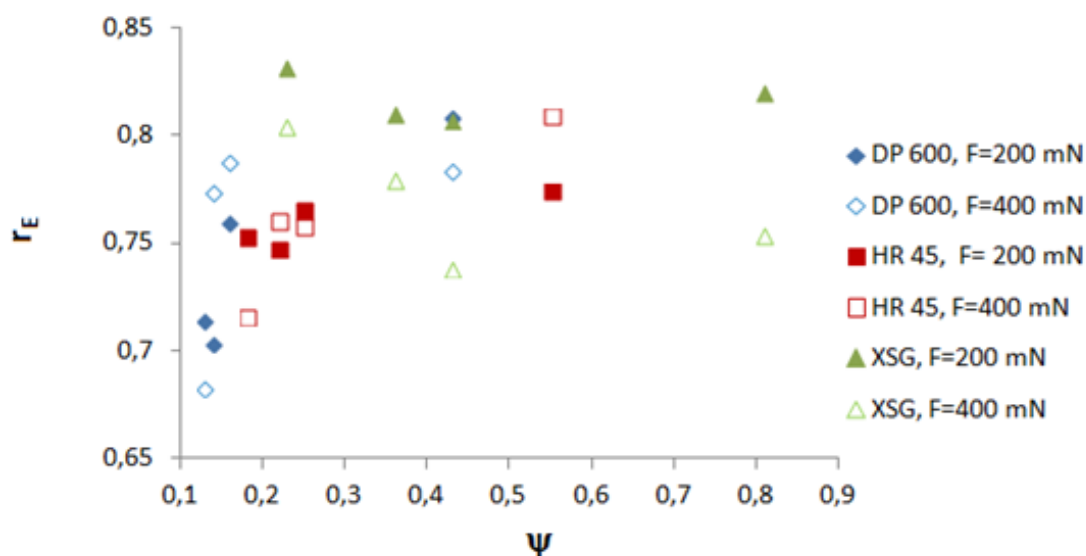
Vplyv pile-upu na namerané mechanické vlastnosti v dizertačnej práci sa zhodujú s prácou [27], kde autori experimentálne určili vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti. Indentačný modul je v práci nadhodnotený od 10 % do 23 % a indentačná tvrdosť je nadhodnotená od 34 % do 44 % v závislosti od zaťaženia, pričom v práci boli použité menšie zaťaženia ($F_{max} = 3 - 9 \text{ mN}$) ako v dizertačnej práci. Vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti je zhodný aj s prácou [34], v ktorom autori určujú vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti pomocou metódy konečných prvkov. V tejto práci bola indentačná tvrdosť nadhodnotená maximálne až do 60 % a indentačný modul bol nadhodnotený maximálne až do 50 %.

5.1.6 Pile-up pri rôznej deformačnej histórii

Na Obr. 41 a Obr. 42 je znázornený vplyv skutočnej pozdĺžnej deformácie ψ (vzorec (34) (pozri str. 63)) na koeficienty r_H a r_E (rovnice (27) respektíve (28) (pozri str. 35)). Vplyv pile-upu klesá so zvyšujúcou sa pozdĺžnou deformáciou ψ z dôvodu deformačného spevnenia, pretože deformačné spevnenie spôsobuje zníženie toku materiálu k povrchu vzorky pri indentácii. Pile-up má väčší vplyv na hodnoty H_{IT} ako na E_{IT} . Najmenší vplyv pile-upu bol pozorovaný u ocele XSG, kde hodnota H_{IT} je nadhodnotená od 31 % do 46 % a E_{IT} je nadhodnotený od 17 % do 26 % v závislosti od stupňa skutočnej pozdĺžnej deformácie. Najväčší vplyv pile-upu bol pozorovaný u ocele DP 600. Hodnoty H_{IT} sú nadhodnotené od 36 % do 53 % a E_{IT} je nadhodnotený od 19 % do 32 %. Podobnú závislosť oceli DP 600 možno pozorovať aj u ocele HR 45, kde hodnota H_{IT} je nadhodnotená od 35 % do 49 % a E_{IT} je nadhodnotený od 19 % do 29 % v závislosti od stupňa deformácie [72].



Obr. 41 Závislosť koeficientu r_H pre indentačnú tvrdosť H_{IT} od skutočnej pozdĺžnej deformácie ψ [72]



Obr. 42 Závislosť koeficientu r_E pre indentačný modul E_{IT} od skutočnej pozdĺžnej deformácie ψ [72]

5.1.7 Vplyvu pile-upu na mechanické vlastnosti komponentov

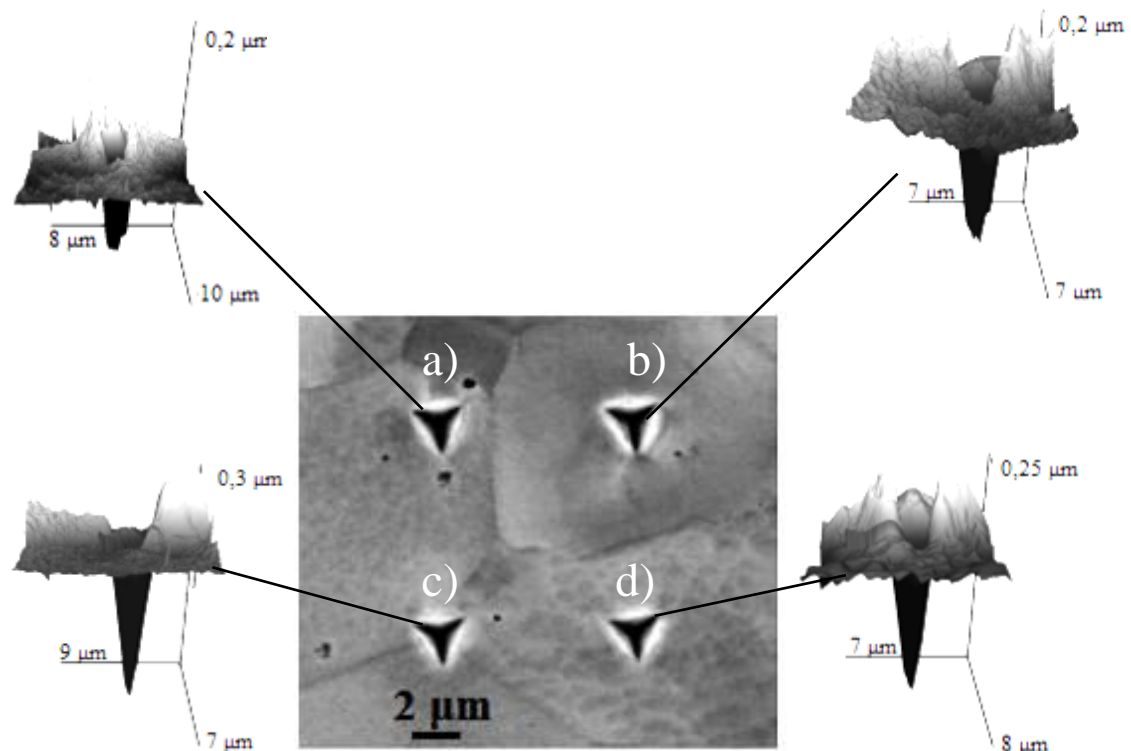
V Tab. 10 je vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov vyjadrený pomocou koeficientov r_H a r_E (rovnice (27) resp. (28), (pozri str. 35)). Vplyv pile-upu na ferit závisí od typu ocele. Najnižší vplyv pile-upu možno pozorovať u ocele HR 45 z dôvodu jemnozrnej mikroštruktúry feritického zrna. Najväčší vplyv pile-upu možno pozorovať u ocele DP 600, kde možno pozorovať aj približne rovnaký vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti feritu a martenzitu. Najnižší vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov

možno pozorovať u ocele HR 45. Vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti perlitického komponentu je nižší ako v prípade feritického komponentu z dôvodu jemnozrnnej a viackomponentnej mikroštruktúry perlitu [73].

Tab. 10 Vplyv pile-upu na mechanické charakteristiky komponentov; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [73]

(v zátvorke je uvedený počet meraní)

| Oceľ | $r_E (F_{max} = 5 \text{ mN})$ | | | $r_H (F_{max} = 5 \text{ mN})$ | | |
|---------------|--------------------------------|----------|-----------|--------------------------------|----------|-----------|
| | ferit | perlit | martenzit | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 0,85 (6) | - | - | 0,73 (6) | - | - |
| HR 45 | 0,80 (3) | 0,82 (3) | - | 0,64 (3) | 0,68 (3) | - |
| DP 600 | 0,88 (3) | - | 0,89 (3) | 0,78 (3) | - | 0,79 (3) |



Obr. 43 Závislosť tvaru a výšky pile-upu od hranice zrna (XSG); $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [73]

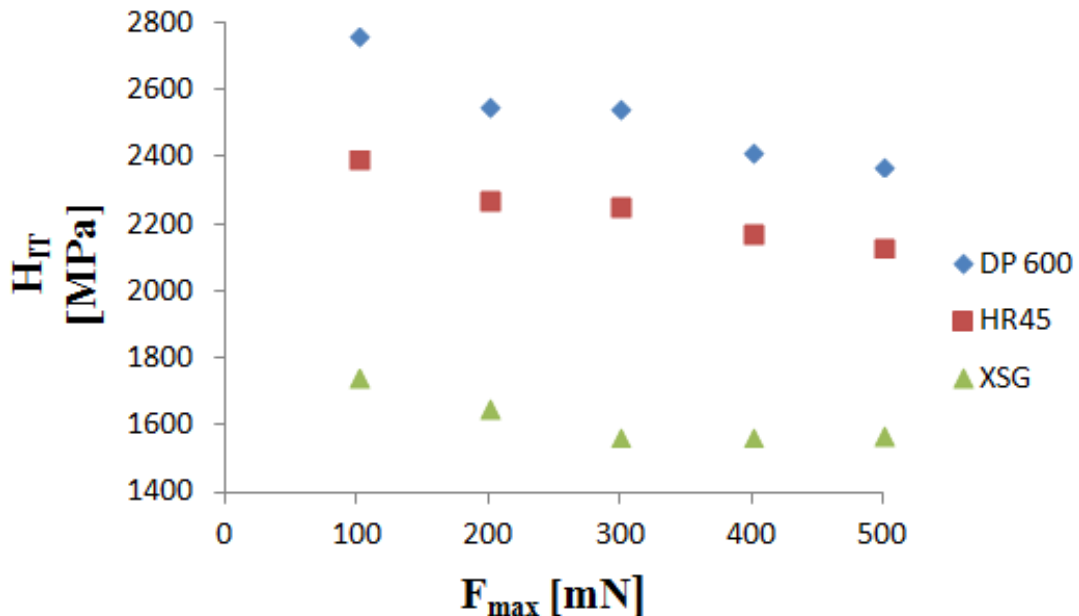
Hranice zrna majú vplyv na tvar a výšku laloku pile-upu. Vtlačky, ktoré ležia ďalej od hranice zrna majú rovnomernejšie hodnoty výšok pile-upu na všetkých troch lalokoch pile-upu, Obr. 43. b), d) (počet meraní 7). Vtlačky, ktoré ležia blízko hranice zrna majú rozdielne výšky lalokov pile-upu (počet meraní 4). Laloky pile-upu, ktoré ležia blízko hranice zrna majú menšiu výšku ako laloky pile-upu, ktoré sú ďalej od hranice zrna, Obr. 43 a), pretože hranica zrna tvorí bariéru proti pohybu materiálu pri tvorení pile-upu. Na druhej strane, laloky pile-upu, ktoré sú ďalej od hranice zrna

majú väčšiu maximálnu výšku pile-upu ako vtlačky, ktoré sú ďalej od hranice zrna z dôvodu zachovania hmoty. Ale aj napriek tomu, hranice zrna znižujú vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti [73].

5.2 Indentation size effect (ISE)

Na stanovenie globálnych mechanických vlastností na základe nameraných lokálnych mechanických vlastností je potrebné stanoviť vplyv ISE na meranie, pretože indentačná tvrdosť v malých indentačných hĺbkach je väčšia ako vo väčších indentačných hĺbkach. Efekt sa stáva zreteľnejší, keď je hĺbka indentácie menšia ako 10 μm . Preto je nutné stanoviť ISE, aby sa mohli porovnávať globálne a lokálne mechanické vlastnosti.

Indentačná tvrdosť klesá s rastúcim sa zaťažením, Obr. 44. Najväčší ISE môžeme pozorovať v prípade ocele DP 600. Indentačná tvrdosť vykazuje relatívny nárast z maximálnej $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$ na minimálnu $F_{\text{max}} = 100 \text{ mN}$ o 16 %. Najmenší ISE môžeme pozorovať u ocelí XSG a HR 45. Indentačná tvrdosť vykazuje relatívny nárast z $F_{\text{max}} = 500 \text{ mN}$ na $F_{\text{max}} = 100 \text{ mN}$ o 11-12 %.



Obr. 44 Závislosť indentačnej tvrdosti H_{IT} od veľkosti zaťaženia F_{max}

V prácach [74, 75] autori potvrdili, že indentačná tvrdosť meraná pomocou DSI závisí od veľkosti zaťaženia. V práci [74] autori merali indentačnú tvrdosť v monokryštáli medi, pričom použili menšie zaťaženia ($F_{\text{max}} = 0,625 - 12,5 \text{ mN}$)

ako v tejto dizertačnej práci. V práci [74] vykazuje indentačná tvrdosť pokles z maximálneho zaťaženia na minimálne zaťaženie o 56 %.

5.3 Mechanické vlastnosti komponentov

5.3.1 Mechanické vlastnosti komponentov pri rôznej príprave povrchu vzorky

Mechanické vlastnosti testovaného materiálu je možné vypočítať za predpokladu, že povrch vzorky je hladký. Preto je potrebné stanoviť optimálnu prípravu povrchu vzorky, pri ktorej je drsnosť R_a minimálna. Mechanické vlastnosti komponentov boli merané pri dvoch spôsoboch prípravy povrchu vzorky (chemické leptanie – nital, mechanicko-chemické leštenie – OPS (pozri str. 67)).

Pozície vtlačkov vo vnútri zrna v oceliach HR 45 a DP 600 v leptanom stave sa pomocou REM nepodarilo identifikovať z dôvodu nedostatočného kontrastu medzi daným komponentom a vtláčkom. Nedostatočný kontrast je z dôvodu zvýšenej drsnosti povrchu vzorky leptaním, Tab. 11. V oceli XSG sa v leptanom stave podarilo identifikovať pozície jednotlivých vtlačkov z dôvodu hrubozrnnej a jednofázovej mikroštruktúry ocele XSG. H_{IT} feritickej komponenty v oceli XSG je v leptanom stave o 5 % väčšia ako v leštenom stave v dôsledku odleptania deformačne spevnenej povrchovej vrstvy – Beilbyho vrstvy, ktorá vzniká pri mechanickom leštení, Tab. 12 [39].

Tab. 11 Drsnosť povrchu vzorky R_a pri rôznych spôsoboch prípravy povrchu vzorky

| Oceľ | R_a [μm] | |
|----------------|-------------------------|----------------|
| | Leštený povrch | Leptaný povrch |
| XSG | 0,049 ± 0,004 | 0,081 ± 0,0078 |
| HR 45 | 0,053 ± 0,006 | 0,093 ± 0,0049 |
| DP 600 | 0,093 ± 0,015 | 0,234 ± 0,047 |
| DP 1000 | 0,027 ± 0,015 | 0,242 ± 0,036 |

Tab. 12 Priemerná indentačná tvrdosť H_{IT} -komponentov s ignorovaním hraníc zrn v závislosti od spôsobu prípravy povrchu vzorky; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [76]

| Oceľ | H_{IT} [MPa] | | | | | |
|---------------|----------------|------------|-----------|----------------|--------|-----------|
| | Leštený povrch | | | Leptaný povrch | | |
| | ferit | perlit | martenzit | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 1720 ± 126 | - | - | 1640 ± 279 | - | - |
| HR 45 | 2150 ± 236 | 2420 ± 414 | - | - | - | - |
| DP 600 | 2190 ± 220 | - | 2580 ± 90 | - | - | - |

Rozsah indentačnej tvrdosti a indentačného modulu je v leptanom stave väčší ako v leštenom stave, pretože v leptanom stave je väčšia drsnosť povrchu vzorky R_a ako v leštenom stave, Tab. 13, Tab. 11. Oceľ XSG má najmenší rozptyl indentačnej tvrdosti z dôvodu jemnozrnnej a jednokomponentnej mikroštruktúry. Oceľ DP 600 má najväčší rozptyl indentačnej tvrdosti, pretože má jemnozrnnú a dvojkomponentnú mikroštruktúru, pričom jednotlivé mikroštruktúrne komponenty majú veľký rozdiel indentačnej tvrdosti [76].

Tab. 13 Rozsah indentačnej tvrdosti H_{IT} a indentačného modulu E_{IT} v závislosti od spôsobu prípravy povrchu vzorky; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [76]

| Oceľ | H_{IT} [MPa] | | E_{IT} [GPa] | |
|---------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| | Leštený povrch | Leptaný povrch | Leštený povrch | Leptaný povrch |
| XSG | 1480 - 2040 | 1140 - 2620 | 207 - 320 | 209 - 355 |
| HR 45 | 1750 - 3990 | 820 - 4280 | 242 - 414 | 121 - 437 |
| DP 600 | 1970 - 4500 | 780 - 4660 | 173 - 262 | 102 - 350 |

V prácach [77, 78] sa potvrdilo, že vplyvom leptadla dochádza k odleptaniu Beilbyho vrstvy. V práci [77] autori merali mechanické vlastnosti komponentov v multifázovom materiáli pri rôznom spôsobe prípravy povrchu vzorky. V tejto práci došlo k poklesu tvrdosti pri leptaní povrchu vzorky feritu o 17 % a austenitu o 18 % v porovnaní s mechanicky leštením povrchom vzorky.

5.3.2 Vplyv anizotropie na mechanické vlastnosti komponentov

Indentačná tvrdosť H_{IT} feritu v oceli XSG bola meraná v troch rovinách s ohľadom na smer valcovania plechu (pozri Obr. 31, str. 70). Mechanické vlastnosti feritu v oceli XSG vykazujú anizotropiu, Tab. 14. Najnižšia H_{IT} feritu je v rovine

kolmej na smer valcovania. Najvyššia H_{IT} feritu je v rovine valcovania. Rozdiel H_{IT} medzi rôzne orientovanými rovinami na smer valcovania je maximálne 12 %.

Tab. 14 Anizotropia indentačnej tvrdosti H_{IT} feritu (XSG); $F_{max} = 5 \text{ mN}$
(v zátvorke je uvedený počet meraní)

| Rovina | H_{IT} [MPa] |
|-----------------------------|----------------|
| RD – ND (pozdlžna rovina) | 1720 ± 75 (13) |
| TD – ND (priečna rovina) | 1820 ± 86 (11) |
| RD – TD (rovina valcovania) | 1920 ± 90 (14) |

5.3.3 Mechanické vlastnosti komponentov s ignorovaním hraníc zrn

Mriežka indentácie bola tvorená 45 vtláčkami, pričom jej plocha bola 90 x 50 μm^2 . Indentácie spĺňajú kritérium, že indentačná hĺbka h_{max} je menšia, ako je charakteristická veľkosť komponenty D, $h_{max} < D$ a preto mechanické vlastnosti boli hodnotené iba z jedného komponentu, Tab. 3 (pozri str. 59) Tab. 15 [79].

Tab. 15 Maximálna indentačná hĺbka h_{max} komponentov s ignorovaním hraníc zrn; $F_{max} = 5 \text{ mN}$, počet hodnotených zrn N_z [79]

| Oceľ | h_{max} [nm] | | | N_z | | |
|---------|----------------|----------|-----------|-------|--------|-----------|
| | ferit | perlit | martenzit | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 384 ± 116 | | | 14 | | |
| HR 45 | 342 ± 27 | 319 ± 21 | | 11 | 8 | |
| DP 600 | 338 ± 21 | | 314 ± 9 | 11 | | 7 |
| DP 1000 | 284 ± 20 | | 240 ± 23 | 5 | | 15 |

Tab. 16 Indentačná tvrdosť H_{IT} komponentov s ignorovaním hraníc zrn; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [79]

| Oceľ | Rozsah H_{IT} | H_{IT} [MPa] | | |
|---------|-----------------|----------------|------------|------------|
| | [MPa] | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 1143 - 2616 | 1720 ± 126 | | |
| HR 45 | 1749 - 3991 | 2150 ± 237 | 2420 ± 413 | |
| DP 600 | 1972 - 4497 | 2190 ± 220 | | 2580 ± 90 |
| DP 1000 | 802 - 5982 | 3060 ± 370 | | 4400 ± 802 |

Tab. 17 Indentačný modul E_{IT} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [79]

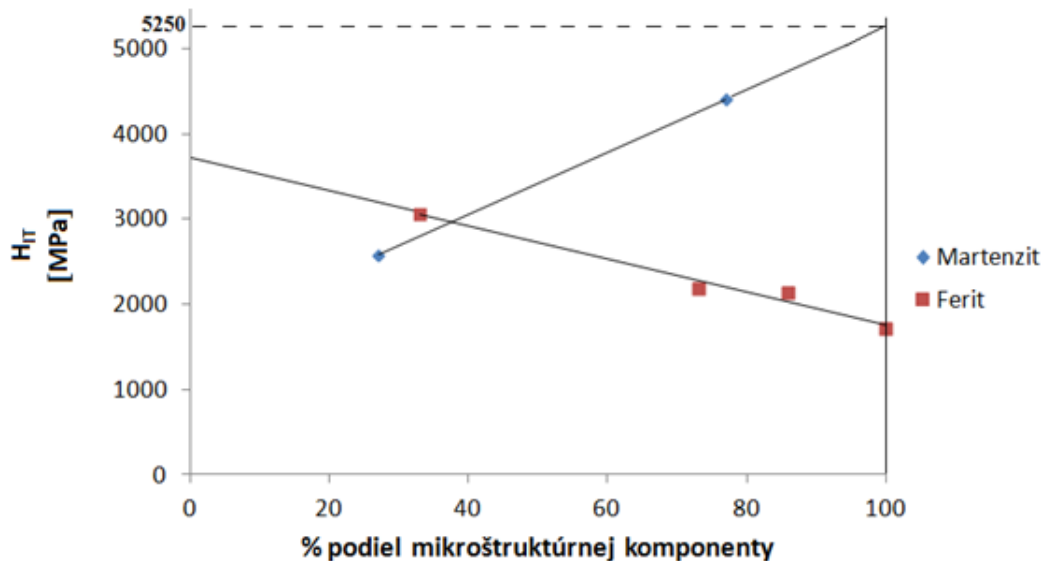
| Oceľ | Rozsah E_{IT} [GPa] | E_{IT} [GPa] | | |
|----------------|--------------------------|----------------|----------|-----------|
| | | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 209 - 355 | 228 ± 25 | | |
| HR 45 | 242 - 497 | 244 ± 22 | 249 ± 35 | |
| DP 600 | 173 - 262 | 251 ± 11 | | 264 ± 15 |
| DP 1000 | 264 - 306 | 258 ± 15 | | 268 ± 24 |

Tab. 18 Index plasticity ω_{plast} komponentov s ignorovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [79]

| Oceľ | Rozsah ω_{plast} [-] | ω_{plast} [-] | | |
|----------------|--------------------------------|----------------------|---------------|----------------|
| | | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 0,965 - 0,977 | 0,972 ± 0,002 | | |
| HR 45 | 0,972 - 0,954 | 0,965 ± 0,006 | 0,964 ± 0,003 | |
| DP 600 | 0,955 - 0,971 | 0,973 ± 0,085 | | 0,925 ± 0,051 |
| DP 1000 | 0,907 - 0,952 | 0,950 ± 0,006 | | 0,929 ± 0,0112 |

Ferit je najmäkším komponentom v skúmaných oceliach. Nameraná H_{IT} feritu sa pohybuje od 1720 MPa do 3060 MPa. Rozptyl H_{IT} feritu medzi najmenšou (XSG) a najväčšou (DP 1000) hodnotou je 78 %. Jednotlivé rozdiely H_{IT} vo ferite v jednotlivých akostiach ocelí sú z dôvodu rozdielnej veľkosti feritického zrna a rozdielneho chemického zloženia ocelí. V oceli HR 45 je najtvrdším komponentom perlit. Oproti feritu je tvrdší o 13 %. Martenzit je najtvrdším komponentom v skúmaných oceliach. Martenzit v oceli DP 600 je tvrdší o 18 % ako ferit a v oceli DP 1000 je martenzit tvrdší o 44 % ako ferit, Tab. 16. Oceľ DP 1000 má vyššiu tvrdosť feritu a martenzitu ako oceľ DP 600, pretože oceľ DP 1000 má vyšší obsah uhlíka (pozri Tab. 5, str. 60). Mechanické vlastnosti tvrdšej komponenty v oceliach HR 45 (perlit) a DP 600 (martenzit) sú ovplyvnené podkladom (ferit), ktorý má nižšiu tvrdosť a pri indentácii dochádza k jeho plastickej a elastickej deformácii, čím dochádza k zatlačeniu tvrdšej komponenty do povrchu [79]. Preto dochádza k podceňovaniu nameraných hodnôt mechanických vlastností tvrdších komponent s nízkym objemovým podielom v materiáli, čiže meraním pomocou DSI získame iba zdanlivé vlastnosti komponent. Aby sme odstránili negatívny vplyv podkladu použijeme približnú aproximáciu podľa Obr. 45, podľa ktorej určíme H_{IT} martenzitu bez vplyvu podkladu. Aproximácia H_{IT} martenzitu sa zhoduje s aproximáciou H_{IT} feritu. H_{IT} martenzitu

bez vplyvu elastického podkladu by bola 5250 MPa. Podklad podceňuje H_{IT} martenzitu v prípade ocele DP 1000 o 19 % a v prípade ocele DP 600 o 103 %. Táto aproximácia je iba približná, pretože jednotlivé ocele majú rôzne chemické zloženie.



Obr. 45 Aproximácia indentačnej tvrdosti H_{IT} feritu a martenzitu

Oceľ XSG má najmenší rozptyl H_{IT} . Je to z dôvodu hrubozrnej a jednofázovej štruktúry. Štruktúra je tvorená čistým feritom. Oceľ DP 600 má najväčší rozptyl tvrdosti. Je to z toho dôvodu, že má jemnozrnnú štruktúru, ktorá je tvorená dvoma komponentmi, ktoré majú rozdielne hodnoty mechanických vlastností, Tab. 16. E_{IT} je vyšší, ako je teoretická hodnota ocelí. Hodnoty E_{IT} sú ovplyvnené pile-upom, ktorý nadhodnocuje namerané hodnoty H_{IT} a E_{IT} , Tab. 17.

Plastická práca klesá so zvyšujúcou sa H_{IT} [22]. Z toho dôvodu, ferit má väčšiu schopnosť absorbovať plastickú prácu ako perlit a martenzit. Ferit v oceli XSG má väčšiu schopnosť absorbovať plastickú prácu ako v oceli HR 45 a DP 600, Tab. 18.

Hodnoty mechanických vlastností komponentov majú veľkú smerodajnú odchýlku, pretože:

1. Hodnoty mechanických vlastností komponentov závisia od vzdialenosti od hranice zrna (pozri Tab. 19, str. 88).
2. Medzi mäkkým a tvrdým komponentom je rozdielna výška povrchu (pozri Obr. 47 a), str. 88), preto môže dôjsť k pošmyknutiu hrotu indentora.
3. Povrch vzorky má vysokú R_a : v oceli XSG tvorí R_a 13 % hĺbky vtláčku, v oceli HR 45 u feritickej komponenty je to 15 % a perlitickej komponenty je to 17 %, Tab. 11 (pozri str.81), Tab. 15. Vplyv drsnosti povrchu vzorky na mechanické

vlastnosti je popísaný v kapitole 5.3.1 Mechanické vlastnosti komponentov pri rôznej príprave povrchu vzorky.

4. Hĺbka daného komponentu pod povrchom nie je známa.

Namerané mechanické vlastnosti feritu a martenzitu v oceliach DP 600 a DP 1000 v dizertačnej práci sa zhodujú s predchádzajúcou prácou [66], kde autori merali mechanické vlastnosti na dvojfázovej feriticko-martenzitickej oceli. H_{IT} feritu sa pohybuje okolo 2000 MPa a H_{IT} martenzitu je 5740 MPa, pričom autori použili nižšie zaťaženia $F_{max} = 250 - 2000 \mu\text{N}$ ako v dizertačnej práci a oceľ bola mechanicky-tepelne spracovaná. Autori potvrdili, že H_{IT} feritického zrna závisí od veľkosti zrna, kde H_{IT} hrubozrnného feritu bola o 920 MPa menšia ako v jemnozrnnom ferite.

V prácach [80, 81] autori merali indentačnú tvrdosť feriticko-perlitickej ocele. V práci [80] je H_{IT} feritu 1502 MPa a H_{IT} perlitu je 2889 MPa pri $F_{max} = 5 \text{ mN}$. V práci [81] sa H_{IT} feritu pohybuje v rozsahu od 1600 do 2500 MPa v závislosti od obsahu perlitu a H_{IT} perlitu je 2900 MPa.

V prácach [40, 66, 82] bol zistený veľký rozptyl nameraných mechanických vlastností komponentov vo viackomponentných materiáloch. Autori práce [68] skúmali dvojfázovú oceľ s podobným obsahom uhlíka ako má oceľ DP 1000. H_{IT} feritu sa pohybovala od 1500 MPa do 5500 MPa, pričom priemerná tvrdosť feritu bola $3500 \pm 100 \text{ MPa}$. Rozsah H_{IT} martenzitu v tejto práci je od 3000 do 10000 MPa, pričom použili $F_{max} = 2,5 \text{ mN}$.

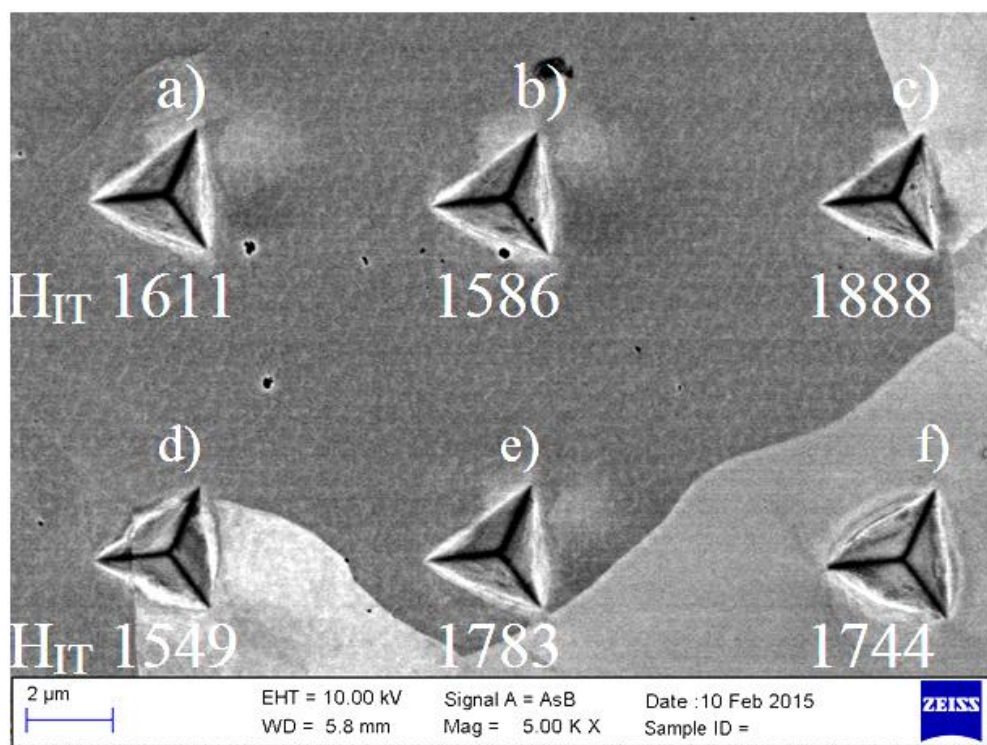
Veľký rozptyl mechanických vlastností jednotlivých komponentov vo viacfázovom materiáli sa potvrdil aj v práci [40], kde autori merali mechanické vlastnosti nehrdzavejúcej austeniticko-martenzitickej ocele s objemovým podielom martenzitu 21 %, pričom H_{IT} austenitu bola $4043 \pm 461 \text{ MPa}$ a H_{IT} martenzitu $5155 \pm 517 \text{ MPa}$. Veľká smerodajná odchýlka bola nameraná aj autormi práce [82], ktorí merali mechanické vlastnosti dvojfázovej nehrdzavejúcej ocele. Namerané mechanické charakteristiky feritu boli $H_{IT} = 5040 \pm 120 \text{ MPa}$ a $E_{IT} = 208 \pm 21,7 \text{ GPa}$ a austenitu $H_{IT} = 4500 \pm 80 \text{ MPa}$ a $E_{IT} = 206,6 \pm 19,1 \text{ GPa}$.

5.3.4 Mechanické vlastnosti komponentov s uvažovaním hraníc zrn

Pozorovali sme tri pozície vtlačkov s ohľadom na polohu hranice zrna (pre posúdenie vzdialenosti je zodpovedajúca vzdialenosť okraja vtlačku od hranice zrna) [83]:

1. Vtlačok vo vnútri zrna (VZ) – vtlačok sa nachádza vo vzdialenosti od hranice zrna väčšej, ako je strana vtlačku, Obr. 46 vtlačok a), b).
2. Vtlačok v oblasti blízko hranice zrna (BHZ) – vtlačok sa nachádza medzi hranicou zrna a vo vzdialenosti od hranice zrna menšej, ako je strana vtlačku, Obr. 46 vtlačok e), f).
3. Na hranici dvoch rôzne orientovaných zŕn resp. na medzifázovom rozhraní (HZ) – vtlačok pretína hranice zrna resp. medzifázové rozhranie, Obr. 46 vtlačok c), d).

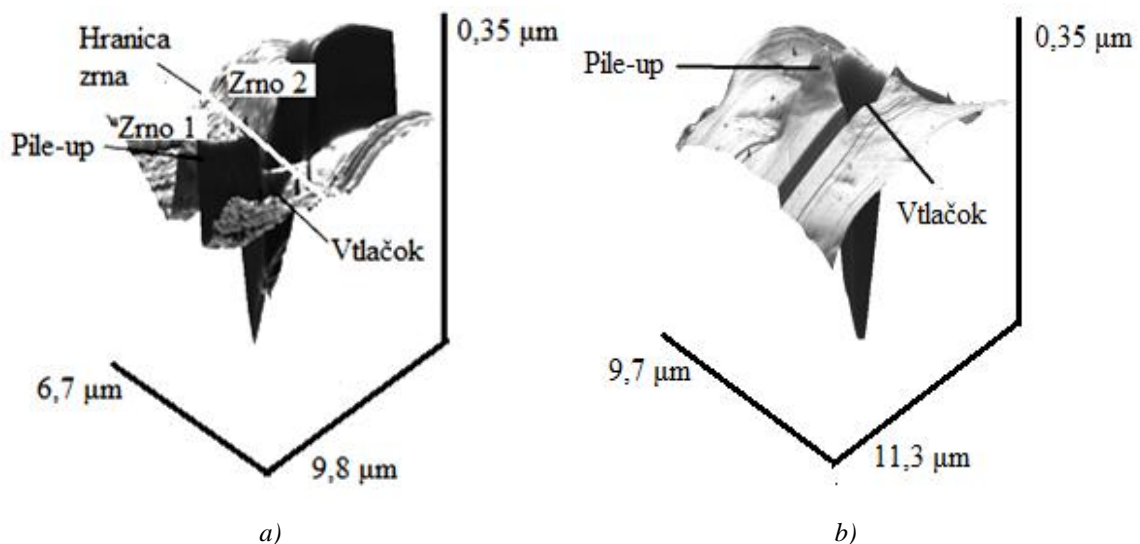
Najväčšia H_{IT} v oceli XSG je v oblasti blízko hraníc zŕn, pretože hranica zrna tvorí bariéru pre pohyb dislokácií, a teda hranica zrna bráni plastickej deformácii pri indentácii. Najnižšia H_{IT} je vo vnútri zrna, kde H_{IT} je o 8 % nižšia ako v oblasti blízko hranice zrna, Tab. 19. H_{IT} medzi dvoma rôznymi orientovanými zrnami je ovplyvnená výškovým skokom na hranici zrna a sklonom povrchu vzorky pri hranici zrna z dôvodu odlišnej odolnosti rôzne orientovaných zŕn na leptanie, a preto hrot indentora sa môže pošmyknúť na tomto mieste a následne dochádza k ovplyvneniu nameraných hodnôt, Obr. 47 a) [83].



Obr. 46 Detail povrchu vzorky ocele XSG, ktorý ukazuje vplyv hranice zrna na indentačnú tvrdosť H_{IT} [MPa]; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [83]

Tab. 19 Vplyv polohy vtláčkov na indentačnú tvrdosť H_{IT} a index plasticity ω_{plast} ; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [83]
(v zátvorke je uvedený počet meraní) (XSG)

| Poloha vtláčku | Mech. vlastnosť | |
|------------------------|----------------------|--------------------|
| Vnútro zrna (26) | H_{IT} [MPa] | 1720 ± 126 |
| | ω_{plast} [-] | $0,972 \pm 0,002$ |
| Blízko hraníc zrn (40) | H_{IT} [MPa] | 1850 ± 294 |
| | ω_{plast} [-] | $0,963 \pm 0,0020$ |
| Hranica zrna (44) | H_{IT} [MPa] | 1790 ± 218 |
| | ω_{plast} [-] | $0,968 \pm 0,002$ |



Obr. 47 Vtláčok (XSG); $F_{max} = 5 \text{ mN}$

a) vtláčok na hraniciach dvoch rôzne orientovaných feritických zrn, b) vtláčok vo vnútri feritického zrna [83]

Mriežka indentácie bola tvorená 45 vtláčkami, pričom jej plocha bola $90 \times 50 \mu\text{m}^2$. Maximálna hĺbka indentácie spĺňa kritérium, že indentačná hĺbka h_{max} je menšia, ako je charakteristická veľkosť komponentu D , $h_{max} < D$ a mechanické vlastnosti boli hodnotené iba z jedného mikroštruktúrneho komponentu, Tab. 3 (pozri str. 59), Tab. 20.

Mechanické vlastnosti komponentov s uvažovaním hraníc zrn majú väčšiu smerodajnú odchýlku ako mechanické vlastnosti komponentov s ignorovaním hraníc zrn, Tab. 16, Tab. 18 (pozri str. 83, 84), Tab. 21, Tab. 22. Komponenty s uvažovaním hraníc zrn majú väčšiu H_{IT} a menší ω_{plast} ako komponenty s ignorovaním hraníc zrn.

Najmenší vplyv hraníc zŕn na H_{IT} je u ocele XSG, kde rozdiel H_{IT} je iba 1 % a najväčší vplyv hraníc zŕn je u ocele DP 600 na feritický komponent, kde tento rozdiel predstavuje 26 %. Je to v dôsledku termomechanického spracovania ocele DP 600 pri jeho výrobe, čo má za následok zvýšenú hustotu dislokácií na jeho hraniciach [84].

Tab. 20 Maximálna indentačná hĺbka vtlačkov h_{max} ; $F_{max} = 5 \text{ mN}$, počet hodnotených zŕn N_z

| Oceľ | $h_{max} [\mu\text{m}]$ | | | N_z | | |
|----------------|-------------------------|---------------|---------------|-------|--------|-----------|
| | ferit | perlit | martenzit | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 0,382 ± 0,016 | | | 45 | - | - |
| HR 45 | 0,316 ± 0,034 | 0,313 ± 0,044 | | 28 | 17 | - |
| DP 600 | 0,307 ± 0,035 | | 0,294 ± 0,030 | 32 | - | 13 |
| DP 1000 | 0,272 ± 0,024 | | 0,234 ± 0,025 | 13 | - | 32 |

Tab. 21 Indentačná tvrdosť H_{IT} komponentov s uvažovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [84]

| Oceľ | $H_{IT} [\text{MPa}]$ | | |
|----------------|-----------------------|------------|------------|
| | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 1740 ± 126 | - | - |
| HR 45 | 2560 ± 531 | 2680 ± 918 | - |
| DP 600 | 2770 ± 669 | - | 3090 ± 389 |
| DP 1000 | 3410 ± 650 | - | 4600 ± 970 |

Tab. 22 Index plasticity ω_{plast} komponentov s uvažovaním hraníc zŕn; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ [84]

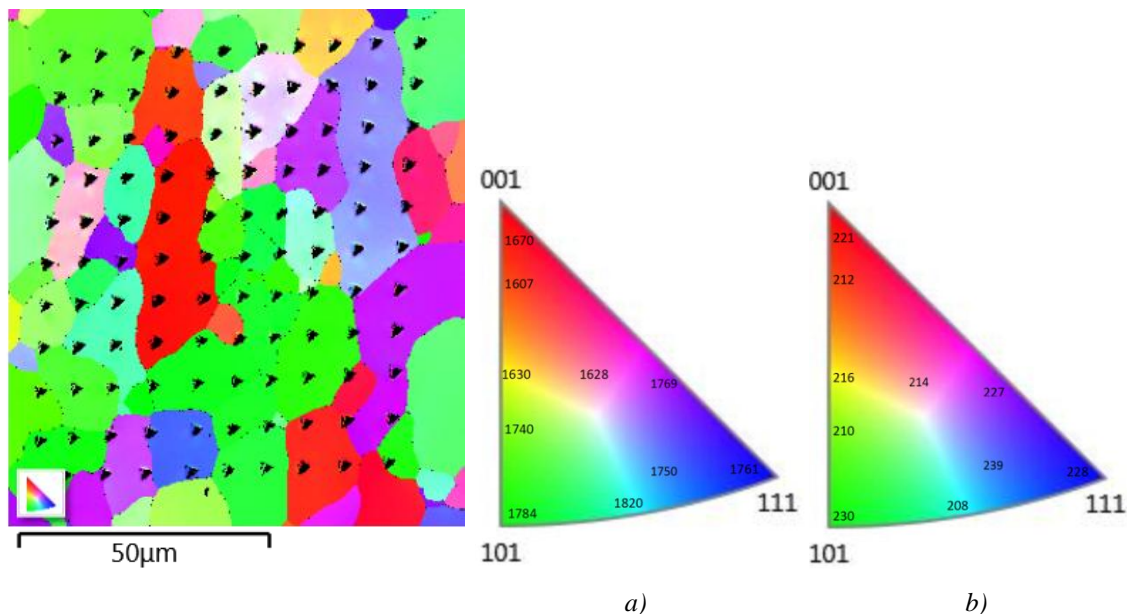
| Oceľ | $\omega_{plast} [-]$ | | |
|----------------|----------------------|---------------|---------------|
| | ferit | perlit | martenzit |
| XSG | 0,964 ± 0,002 | - | - |
| HR 45 | 0,963 ± 0,0053 | 0,959 ± 0,089 | - |
| DP 600 | 0,953 ± 0,006 | - | 0,946 ± 0,022 |
| DP 1000 | 0,945 ± 0,010 | - | 0,926 ± 0,013 |

V prácach [66, 67] sa potvrdilo, že hranica zrna resp. medzifázové rozhrania zvyšuje indentačnú tvrdosť. V práci [67] autori namerali mechanické vlastnosti komponentov v DP oceli s objemovým obsahom martenzitu 40 %. Indentačná tvrdosť medzifázového rozhrania ferit/martenzit v spomínanej práci bola v rozsahu od 3000 do 4800 MPa, čo je porovnateľné s nameranou distribúciou indentačnej tvrdosti pre oceľ DP 600 v dizertačnej práci.

5.3.5 Mechanické vlastností komponentov pri rôznej kryštalografickej orientácii zŕn

Na Obr. 48 je inverzný pólový obrázok (IPF – Inverse Pole Figure), ktorý opisuje kryštalografickú orientáciu jednotlivých zŕn v oceli XSG. IPF vyšetrovanej oblasti, na ktorej boli vykonané indentačné merania, pokrýva všetky kryštalografické orientácie feritu. Počet meraných zŕn je v Tab. 23. Mechanické vlastnosti rovín sú s ignorovaním hraníc zŕn. H_{IT} feritu je závislá od kryštalografickej orientácie zrna, Tab. 24. Roviny (101) a (111) majú väčšiu H_{IT} ako rovina (001) vo všetkých vyšetrovaných materiáloch. Najväčší rozdiel H_{IT} feritu medzi rovinami (111), (101) a (001) má oceľ DP 600, kde tento rozdiel predstavuje 12 %. Najmenší rozdiel H_{IT} feritu medzi rovinami (111), (101) a (001) má oceľ HR 45, kde tento rozdiel predstavuje 4 %. Oceľ DP 1000 má najvyššie hodnoty H_{IT} feritu vo všetkých kryštalografických rovinách z dôvodu, že oceľ DP 1000 má vysoký obsah uhlíka a vysoký obsah tvrdej martenzitickej komponenty. H_{IT} feritu nie je ovplyvnená podkladom, ktorý podhodnocuje namerané hodnoty mechanických vlastností.

E_{IT} feritu závisí od kryštalografickej orientácie feritického zrna. Roviny (101) a (111) majú väčší E_{IT} ako rovina (001) vo všetkých vyšetrovaných materiáloch, Tab. 25. ω_{plast} nezávisí od kryštalografickej orientácie feritického zrna, Tab. 26 [85].



Obr. 48 Indentačná matica v EBSD mape (XSG)

a) Inverzný pólový obrázok spolu s indentačnou tvrdosťou H_{IT} [MPa], b) Inverzný pólový obrázok spolu s indentačným modulom E_{IT} [GPa]; $F_{max} = 5$ mN, (v smere normály k povrchu vzorky) [85]

Tab. 23 Počet zrn N_z , z ktorých boli hodnotené mechanické vlastnosti feritu v rôznych kryštalografických rovinách

| | (001) | (101) | (111) | (001) / (101) | (101) / (111) | (001) / (111) |
|----------------|-------|-------|-------|---------------|---------------|---------------|
| XSG | 9 | 22 | 3 | 3 | 12 | 11 |
| HR 45 | 4 | 6 | 6 | 3 | 4 | 3 |
| DP 600 | 4 | 9 | 11 | 3 | 4 | 5 |
| DP 1000 | - | 6 | 6 | 3 | 6 | 4 |

Tab. 24 Indentačná tvrdosť H_{IT} feritu v rôznych kryštalografických rovinách

$F_{max} = 5 \text{ mN}$ (v smere normály k povrchu vzorky) [85]

| Oceľ | H_{IT} [MPa] | | |
|----------------|----------------|------------|------------|
| | (001) | (101) | (111) |
| XSG | 1660 ± 115 | 1780 ± 250 | 1760 ± 140 |
| HR 45 | 1970 ± 180 | 2040 ± 180 | 2050 ± 160 |
| DP 600 | 2040 ± 120 | 2290 ± 160 | 2260 ± 180 |
| DP 1000 | - | 3170 ± 350 | 3100 ± 520 |

| Oceľ | H_{IT} [MPa] | | |
|----------------|----------------|---------------|---------------|
| | (001) / (101) | (101) / (111) | (001) / (111) |
| XSG | 1540 ± 120 | 1800 ± 240 | 1680 ± 250 |
| HR 45 | 2050 ± 130 | 2030 ± 145 | 2110 ± 45 |
| DP 600 | 2290 ± 280 | 2800 ± 470 | 2800 ± 350 |
| DP 1000 | 3450 ± 620 | 4130 ± 450 | 4900 ± 1120 |

Tab. 25 Index plasticity ω_{plast} feritu v rôznych kryštalografických rovinách

$F_{max} = 5 \text{ mN}$ (v smere normály k povrchu vzorky) [85]

| Oceľ | ω_{plast} [-] | | |
|----------------|----------------------|-----------------|-----------------|
| | (001) | (101) | (111) |
| XSG | 0,970 ± 0,00174 | 0,970 ± 0,0023 | 0,968 ± 0,0006 |
| HR 45 | 0,967 ± 0,0011 | 0,966 ± 0,00383 | 0,966 ± 0,00307 |
| DP 600 | 0,9630 ± 0,0014 | 0,9580 ± 0,0044 | 0,960 ± 0,0031 |
| DP 1000 | - | 0,950 ± 0,00684 | 0,956 ± 0,01166 |

| Oceľ | $\omega_{\text{plast}} [-]$ | | |
|----------------|-----------------------------|----------------|----------------|
| | (001) / (101) | (101) / (111) | (001) / (111) |
| XSG | 0,970 ± 0,0018 | 0,969 ± 0,0015 | 0,969 ± 0,0015 |
| HR 45 | 0,964 ± 0,0066 | 0,966 ± 0,0041 | 0,967 ± 0,0009 |
| DP 600 | 0,960 ± 0,0052 | 0,955 ± 0,0075 | 0,960 ± 0,0041 |
| DP 1000 | 0,954 ± 0,0164 | 0,938 ± 0,0159 | 0,952 ± 0,0158 |

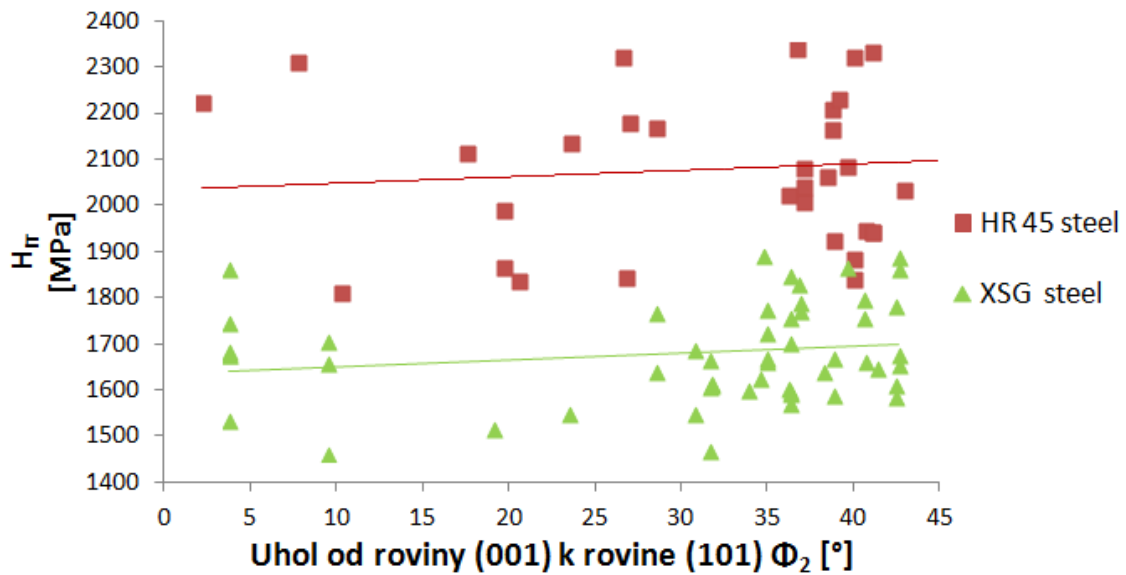
Tab. 26 Indentačný modul E_{IT} feritu v rôznych kryštalografických rovinách

$F_{\text{max}} = 5 \text{ mN}$ (v smere normály k povrchu vzorky) [85]

| Oceľ | $E_{IT} [\text{GPa}]$ | | |
|----------------|-----------------------|----------|----------|
| | (001) | (101) | (111) |
| XSG | 221 ± 28 | 230 ± 37 | 229 ± 16 |
| HR 45 | 240 ± 10 | 248 ± 4 | 246 ± 8 |
| DP 600 | 231 ± 9 | 240 ± 11 | 239 ± 15 |
| DP 1000 | - | 240 ± 13 | 241 ± 9 |

| Oceľ | $E_{IT} [\text{GPa}]$ | | |
|----------------|-----------------------|---------------|---------------|
| | (001) / (101) | (101) / (111) | (001) / (111) |
| XSG | 225 ± 20 | 225 ± 32 | 219 ± 24 |
| HR 45 | 249 ± 6 | 250 ± 15 | 250 ± 15 |
| DP 600 | 239 ± 14 | 264 ± 35 | 260 ± 22 |
| DP 1000 | 240 ± 6 | 260 ± 9 | 265 ± 9 |

Obr. 49 ukazuje vplyv uhla otáčania ϕ_2 na indentačnú tvrdosť feritu. Uhol otáčania ϕ_2 je uhol otáčania kubickej priestorovej mriežky z roviny (001) do roviny (101). H_{IT} rastie so zvyšujúcim sa uhlom ϕ_2 . Uhol rotácie má rovnaký vplyv na ocele XSG a HR 45, kde minimálna H_{IT} je pri uhle $\phi_2 = 10^\circ$. Maximálna H_{IT} ocele XSG je pri $\phi_2 = 42^\circ$ a H_{IT} ocele HR 45 je maximálna pri uhle $\phi_2 = 41^\circ$ [85].



Obr. 49 Indentačná tvrdosť H_{rr} feritického zrna ako funkcia kryštalografickej orientácie zrna danej pomocou uhla ϕ_2 (v smere normály k povrchu vzorky) [85]

V prácach [67, 86] autori potvrdili, že indentačná tvrdosť feritu je závislá od kryštalografickej orientácie zrna. V práci autori merali indentačnú tvrdosť feritu v elektro oceli. Indentačná tvrdosť feritu v jednotlivých kryštalografických orientácie sa odlišovala o 100 MPa v závislosti od kryštalografickej orientácie zrna.

5.3.6 Mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov pri rôznej deformačnej histórii

Po ťahovej skúške má oceľ XSG najväčšiu skutočnú pozdĺžnu deformáciu (vzorec (34) (pozri str. 63)), ktorej hodnota v závislosti od vzdialenosti od lomu sa pohybuje v rozmedzí $\psi = (0,81 - 0,19)$ a oceľ HR 45 má skutočnú pozdĺžnu deformáciu v rozmedzí $\psi = (0,54 - 0,17)$ pri rovnakej meranej dĺžke vzorky. Indentačné skúšky sa vykonávali pri minimálnej vzdialenosti od lomu pri oceli XSG 12 mm a pri oceli HR 45 2,2 mm ($\psi = 0,4$), aby mechanické vlastnosti neboli ovplyvnené podpovrchovými a povrchovými chybami materiálu (dutiny a pod.), ktoré vznikajú pri lome. Skutočná pozdĺžna deformácia má vplyv na mechanické vlastnosti jednotlivých komponentov oceľových plechov. Indentačná tvrdosť sa zvyšuje so zvyšujúcou sa skutočnou pozdĺžnou deformáciou. Je to z dôvodu deformačného spevnenia materiálu, pričom indentačná tvrdosť sa zvyšuje so zvyšujúcim sa deformačným spevnením. Ďalším faktorom je významná zmena tvaru zrna so zvyšujúcou sa deformáciou. Po deformácii je tvar zrn pretiahly, vtláčok leží bližšie pri hranici zrna ako vtláčok

pri menšej deformácii resp. bez deformácie, kde zrná sú skoro rovnoosé, Obr. 50. Oblasť blízkosti hraníc zrn má väčšiu indentačnú tvrdosť ako oblasť vo vnútri zrna (pozri Tab. 19 str. 88) [87].

Tab. 27 Indentačná tvrdosť H_{IT} a index plasticity ω_{plast} mikroštruktúrnych komponentov pri rôznej skutočnej deformácii ψ ; $F_{max} = 5 \text{ mN}$ (XSG), (HR 45) [87]

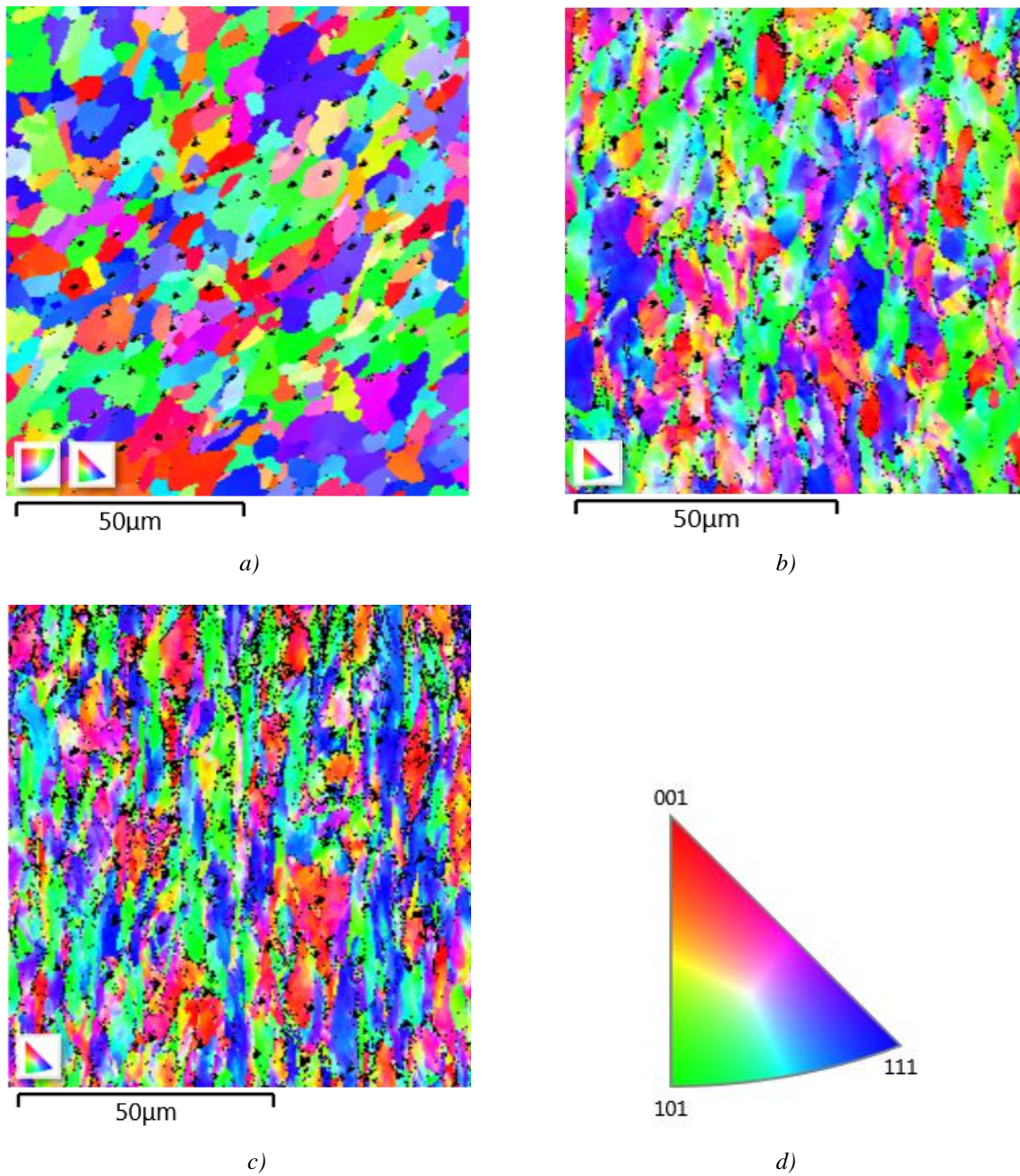
| Oceľ | XSG | | HR 45 | | | |
|------------|----------------|----------------------|----------------|----------|----------------------|-------------|
| | H_{IT} [MPa] | ω_{plast} [-] | H_{IT} [MPa] | | ω_{plast} [-] | |
| ψ | ferit | ferit | ferit | perlit | ferit | perlit |
| 0 | 1720±126 | 0,972±0,002 | 2150±237 | 2420±414 | 0,965±0,006 | 0,964±0,003 |
| 0,2 | 1970±129 | 0,966±0,004 | 2590±240 | 3160±260 | 0,960±0,004 | 0,954±0,005 |
| 0,3 | 2210±163 | 0,961±0,080 | 3020±181 | 3580±270 | 0,953±0,003 | 0,946±0,005 |
| 0,4 | 2610±264 | 0,960±0,006 | 3290±260 | 3880±320 | 0,948±0,007 | 0,942±0,007 |

Tab. 28 Počet zrn N_z , z ktorých bola hodnotená závislosť mechanických vlastností komponentov od skutočnej pozdĺžnej deformácie

| Oceľ | XSG | | HR 45 | |
|------------|-------|--------|-------|--------|
| | ferit | perlit | ferit | perlit |
| 0 | 14 | 11 | 8 | 8 |
| 0,2 | 34 | 28 | 8 | 8 |
| 0,3 | 23 | 27 | 11 | 11 |
| 0,4 | 20 | 19 | 11 | 11 |

Vplyv skutočnej pozdĺžnej deformácie je väčší v oceli HR 45 ako v prípade ocele XSG pri všetkých pozdĺžnych deformáciách, Tab. 27. Počet meraní je v Tab. 28. Vplyv skutočnej pozdĺžnej deformácie je väčší na perlit ako na ferit v oceli HR 45. H_{IT} perlitu pri skutočnej pozdĺžnej deformácii $\psi = 0,4$ je o 60 % väčšia ako H_{IT} perlitu bez deformácie $\psi = 0$. Ferit v oceli XSG vykazuje pri menších deformáciách ($\psi < 0,3$) menšie deformačné spevnenie ako ferit v oceli HR 45. Deformačné spevnenie feritu pri $\psi = 0,2$ v oceli XSG je menšie o 6 % ako v oceli HR 45, ale deformačné spevnenie feritu pri $\psi = 0,4$ v oceli XSG je približne rovnaké ako je v oceli HR 45. Deformačné spevnenie feritu v oceli HR 45 je 53 % a v prípade ocele XSG je 52 %. Pri deformácii $\psi = 0,4$, došlo u feritu v oceli HR 45 k poklesu exponentu deformačného spevnenia následkom akumulácie poškodenia. Vplyv skutočnej pozdĺžnej deformácie je

väčší na H_{IT} ako na ω_{plast} . ω_{plast} rastie s klesajúcou skutočnou pozdĺžnou deformáciou. ω_{plast} feritu v XSG oceli je pri $\psi = 0$ o 1,3 % väčší ako ω_{plast} pri $\psi = 0,4$. Podobne ako u H_{IT} je vplyv deformácie väčší na perlit ako na ferit v oceli HR 45. ω_{plast} feritu resp. perlitu je pri $\psi = 0$ o 1,8 % resp. 2,3 % väčší ako pri $\psi = 0,4$ [87].



Obr. 50 Indentačná matica v EBSD mape (HR 45) [87]
 a) $\psi = 0$; b) $\psi = 0,3$; c) $\psi = 0,4$; d) inverzný pólový obrázok

5.3.7 Porovnanie faktorov, ktoré vplyvajú na indentačnú tvrdosť

V Tab. 29 sú uvedené merané faktory v dizertačnej práci, ktoré vplyvajú na H_{IT} . Maximálny vplyv na globálnu H_{IT} má pile-up, kde H_{IT} je max. ovplyvnená o 44 %. Na lokálnu H_{IT} komponentov najviac vplyva deformácia, ktorou môže maximálne ovplyvniť H_{IT} o 53 %. Najmenší vplyv na lokálnu H_{IT} má kryštalografická orientácia zrna, kde max. vplyv na H_{IT} je 12 %.

Tab. 29 Vplyv jednotlivých faktorov na indentačnú tvrdosť H_{IT} [%]
(LMV – lokálne mechanické vlastnosti, GMP – globálne mechanické vlastnosti)

| Faktory | XSG | HR 45 | DP 600 |
|--|-----|-------|--------|
| ISE (GMV) | 12 | 11 | 16 |
| Pile-up (GMV) | 33 | 37 | 44 |
| Pile-up (LMP) | 27 | 36 | 22 |
| Anizotropia (LMV) | 12 | - | - |
| Drsnosť povrchu R_a (LMV) | 5 | - | - |
| Kryštalografická orientácia zrna (LMV) | 7 | 4 | 12 |
| Hranica zrna (LMV) | 1 | 19 | 26 |
| Deformácia (LMV) | 53 | 52 | - |

1. ISE – max. % rozdiel H_{IT} pri $F_{max} = 500$ mN a $F_{max} = 100$ mN.
2. Pile-up (GMV) – max. % vplyv pile-upu na globálnu H_{IT} .
3. Pile-up (LMP) – max. % vplyv pile-upu na H_{IT} komponentov.
4. Anizotropia – max. % rozdiel H_{IT} medzi rôznymi rovinami (priečna, pozdĺžna, rovina valcovania).
5. Drsnosť povrchu – max. % rozdiel H_{IT} medzi rôznymi spôsobmi prípravy povrchu vzorky.
6. Kryštalografická orientácia zrna – max. % rozdiel H_{IT} medzi základnými kryštalografickými rovinami (001), (101), (111).
7. Hranica zrna – max. % rozdiel H_{IT} medzi komponentmi s uvažovaním a ignorovaním hraníc zrn.
8. Deformácia – max. % rozdiel H_{IT} medzi komponentmi pri $\psi = 0$ a $\psi = 0,4$.

6 Optimalizácia parametrov mriežkovej metódy

Mechanické vlastnosti jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov vo viacfázovom materiáli sú určované pomocou mriežkovej metódy. Vlastnosti komponentov závisí od vzdialenosti od hranice zrna (oblasti VZ, BHZ, HZ (pozri str. 87)). Preto aby sme zvýšili efektivitu merania je potrebné optimalizovať parametre (vzdialenosť medzi stredmi vtlačkov) mriežkovej metódy na danú mikroštruktúru tak, aby sme získali priemerné vlastnosti komponentov (priemernú hodnotu zo všetkých 3 oblastí zrna). Minimálna vzdialenosť medzi stredmi vtlačkov bola zvolená na základe strednej dĺžky feritického zrna (pozri str. 70) tak, aby mechanické vlastnosti boli merané z celej plochy zrna (z jedného kraja zrna, vnútra zrna, z druhého kraja zrna). Meranie sa realizovalo na dvoch akostiach ocelí bez interstícií, ktoré majú rôzny tvar mikroštruktúry (materiál 1 s pretiahlymi zrnami; materiál 2 s rovnoosými zrnami), Obr. 32.

V Tab. 30, Tab. 31 je vplyv vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov na podmienky mriežkovej metódy. Pri minimálnej zvolenej vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov $x = 5 \mu\text{m}$, leží v jednom zrne maximálny počet vtlačkov. Avšak táto vzdialenosť nie je vhodná na meranie, pretože nespĺňa podmienku, že minimálna vzdialenosť medzi vtlačkami má byť 2,5 násobok diagonály vtlačku d (materiál 1 $d_1 = 2,5 \mu\text{m}$, materiál 2 $d_2 = 2,1 \mu\text{m}$), preto mechanické vlastnosti môžu byť ovplyvnené napät'ovým poľom susedného vtlačku. Optimálna vzdialenosť medzi stredmi vtlačkov je $8 \mu\text{m}$, pretože mechanické vlastnosti jedného komponentu sú počítané z väčšieho počtu vtlačkov, ktoré ležia vo vnútri jedného zrna, čiže mechanické vlastnosti sú určované z celej plochy zrna, a tým pádom získame priemerné mechanické vlastnosti komponentu. Maximálny počet vtlačkov v jednom zrne klesá so zvyšujúcou sa vzdialenosťou medzi stredmi vtlačkov.

Počet meraných resp. analyzovaných zrn závisí od vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov. So zvyšujúcou sa vzdialenosťou medzi stredmi vtlačkov rastie počet analyzovaných zrn, ale zvyšuje sa počet vynechaných zrn v indentačnej matici, a tak klesá efektivita merania. Počet analyzovaných zrn tiež závisí od mikroštruktúry materiálu. Materiál s rovnoosým tvarom zrn má väčší počet vtlačkov (44 % verzus 28 %), ktoré ležia vo vnútri zrna, ako materiál s pretiahlym tvarom zrn. Každý 2,5 indent leží vo vnútri zrna pri materiáli s rovnoosým tvarom zrn a každý 4,4 vtlačok leží vo vnútri zrna pri materiáli s pretiahlym tvarom zrn. Materiál s pretiahlymi zrnami

má menší počet vtlačkov, ktoré ležia vo vnútri jedného zrna a menší počet vynechaných zrn v indentačnej matici ako materiál s rovnoosými zrnami [88].

Tab. 30 Vplyv vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov x na podmienky mriežkovej metódy v materiáli s pretiahlymi zrnami [88]

| x [μm] | Plocha [μm^2] | Počet zrn | Počet vynechaných zrn | Max. počet vtlačkov v 1 zrne | HZ [%] | VZ [%] | BHZ [%] |
|---|--|----------------------------|--|---|-------------------------|-------------------------|--------------------------|
| 5 | 2750 | 29 | 1 | 6 | 37,2 | 30,1 | 32,7 |
| 8 | 7040 | 34 | 5 | 5 | 40 | 24,3 | 35,6 |
| 10 | 11000 | 69 | 12 | 3 | 36,7 | 32,4 | 30,9 |
| 12 | 15840 | 91 | 29 | 2 | 42 | 24 | 34 |
| 15 | 24750 | 107 | 39 | 2 | 40,2 | 27,8 | 32 |

Tab. 31 Vplyv vzdialenosti medzi stredmi vtlačkov x na podmienky mriežkovej metódy v materiáli s rovnoosými zrnami [88]

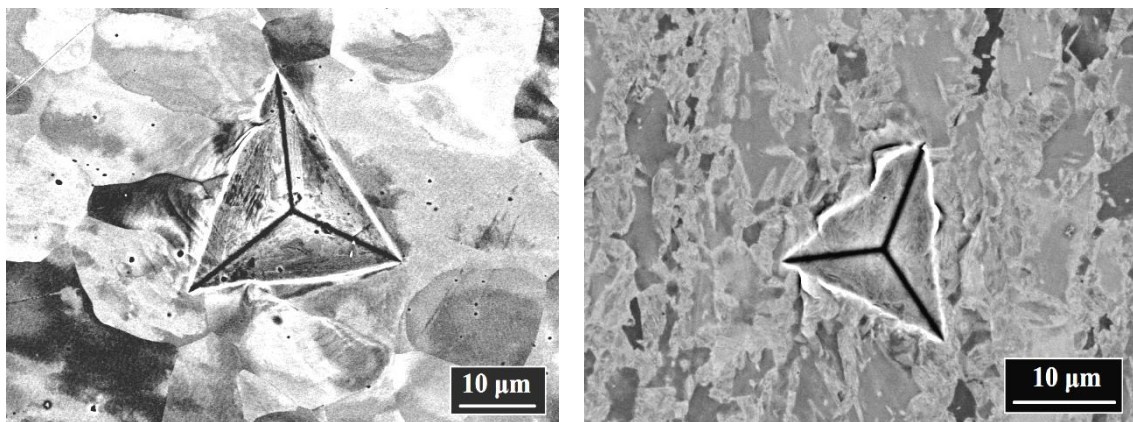
| x [μm] | Plocha [μm^2] | Počet meraných zrn | Počet vynechaných zrn | Max. počet vtlačkov v 1 zrne | HZ [%] | VZ [%] | BHZ [%] |
|---|--|---|--|---|-------------------------|-------------------------|--------------------------|
| 5 | 2750 | 28 | 1 | 8 | 30,4 | 41,6 | 28 |
| 8 | 7040 | 34 | 1 | 6 | 25,6 | 41,4 | 33 |
| 10 | 11000 | 79 | 21 | 4 | 28,2 | 39,1 | 32,7 |
| 12 | 15840 | 96 | 31 | 2 | 23,3 | 49,2 | 27,5 |
| 15 | 24750 | 101 | 52 | 2 | 20 | 50 | 30 |

7 Modelovanie globálnych mechanických vlastností

Na vytvorenie materiálového modelu globálnych mechanických vlastností bolo použité zmiešavacie pravidlo v mikroštruktúrnom režime. Ako vstupné údaje boli použité mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov ocelí s účinkom rôznych mikroštruktúrnych faktorov, ktoré majú vplyv na globálne mechanické vlastnosti polykryštalického materiálu (hranice zrna, kryštalografická orientácia). V práci budeme pod pojmom lokálne mechanické vlastnosti rozumieť vlastnosti vzťahujúce sa na oblasti veľkosti zrna mikroštruktúrnych komponentov. Mechanické vlastnosti komponentov boli merané pomocou DSI pri $F_{\max} = 5 \text{ mN}$. Komponenty sa v modeli považujú za homogénne a izotropné. Model neberie do úvahy jednotlivé precipitáty a inklúzie, ktoré obsahujú jednotlivé komponenty. Ako výstup z modelovania budeme považovať model globálnych mechanických vlastností (tvrdosť, index plasticity), ktoré budeme porovnávať s nameranými mechanickými vlastnosťami zmiešanej mikroštruktúry – bulk mechanické vlastnosti. Bulk mechanické vlastnosti ocelí (skutočné globálne mechanické vlastnosti materiálu) boli merané pri $F_{\max} = 500 \text{ mN}$ (pozri str. 66, 67), Obr. 51, Obr. 52. V mikroštruktúre bulk materiálu sú obsiahnuté viaceré komponenty, ako aj hranice zrna. Presnosť modelu sa určí pomocou modelovacieho parametru X .

$$X = \frac{\text{model mechanickéj vlastnosti}}{\text{bulk mechanická vlastnosť}} \quad (35)$$

Ak sa hodnota modelovacieho parametru X blíži k hodnote 1, zmiešavacie pravidlo pracuje dobre.

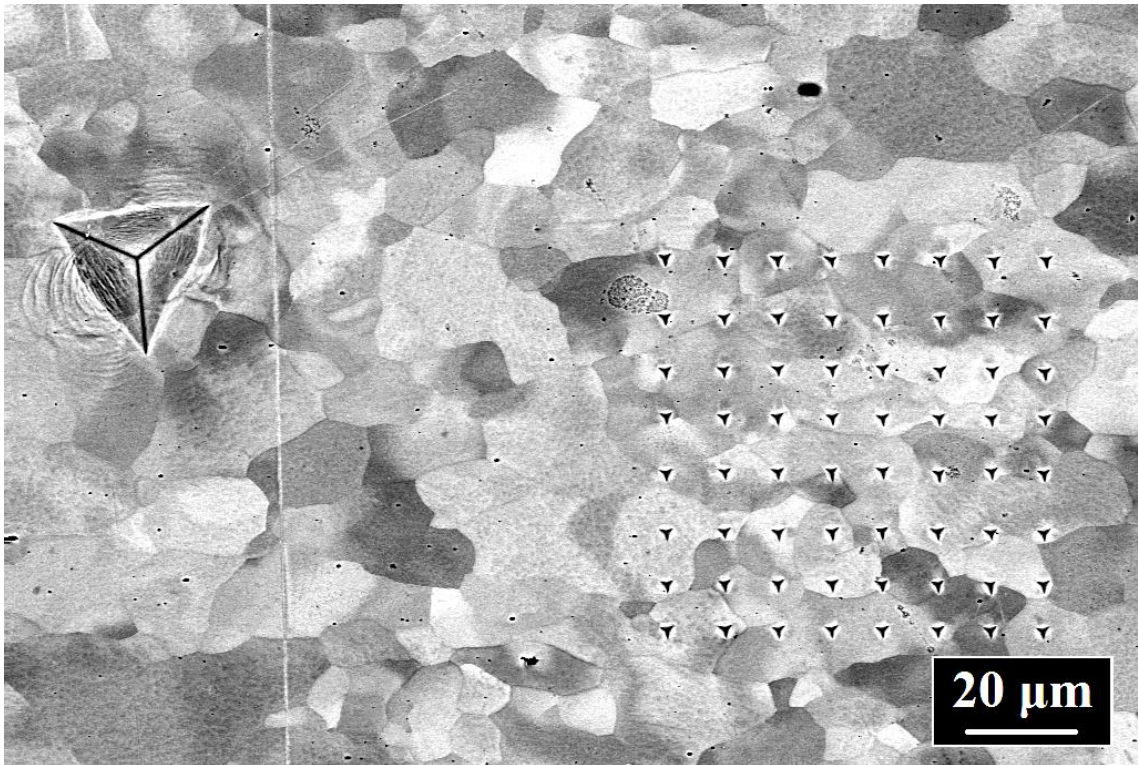


a)

b)

Obr. 51 Vtlačky pri meraní bulk mechanických vlastností; $F_{\max} = 500 \text{ mN}$

a) oceľ XSG, b) oceľ DP 1000



Obr. 52 Porovnanie veľkosti vlačkov pri meraní bulk ($F_{max} = 500 \text{ mN}$) a lokálnych ($F_{max} = 5 \text{ mN}$) mechanických vlastností (XSG)

Použitím zmiešavacieho pravidla môžeme získať model pre globálne mechanické vlastnosti ocelí. Napríklad pre oceľ DP 600 s feriticko-martenzitickou štruktúrou, ktorá obsahuje 73 % feritu a 27 % martenzitu, globálna vlastnosť P ocele je funkciou vlastností feritu $P(F)$ a martenzitu $P(M)$ s objemovým podielom feritu a martenzitu. Preto zmiešavacie pravidlo pre globálne vlastnosti ocele DP 600 bude nasledovné:

$$0,73 P(F) + 0,27 P(M) = P(\text{zmes F/M mikroštruktúry}) \quad (36)$$

Podobne môžeme prepísať zmiešavacie pravidlo ocelí HR 45 a DP 1000, kde obsahy jednotlivých komponentov V sú v Tab. 3.

Pre oceľ XSG, s feritickou mikroštruktúrou, globálnu vlastnosť P vypočítame ako priemernú hodnotu vlastností rôzne orientovaných feritických zŕn $P(F)$ a zmiešavacie pravidlo môžeme prepísať ako [84]:

$$\frac{\sum_i^n P(F)_i}{n} = P(\text{zmes rôzne orientovaných feritických zŕn}) \quad (37)$$

kde n je počet meraní.

7.1 Model globálnych mechanických vlastností s ignorovaním hraníc zŕn

Ako vstupné údaje sú mechanické vlastnosti komponentov, ktoré boli merané vo vzdialenosti od hranice zrna väčšej, ako je strana vtlačku (oblasť VZ (pozri str. 87)). Preto mechanické vlastnosti komponentov nerešpektujú hranicu zrna, ale reprezentujú vnútro zrna, Tab. 16, Tab. 18 (pozri str. 83, 84). Globálne mechanické vlastnosti boli vypočítané pomocou rovníc (36) a (37) (pozri str. 100).

Tab. 32 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) globálne mechanické vlastnosti. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaných z mikroštruktúrnych komponentov s ignorovaným hraníc zŕn [85]

| Oceľ | Mech. vlastnosť | Bulk mech. vlastnosť ($F_{\max} = 500 \text{ mN}$) | Model ($F_{\max} = 5 \text{ mN}$) | X [-] |
|----------------|-----------------------------|---|--|-------|
| XSG | H_{IT} [MPa] | 1760 | 1716 | 0,975 |
| | ω_{plast} [-] | 0,879 | 0,972 | 1,106 |
| HR 45 | H_{IT} [MPa] | 2425 | 2186 | 0,901 |
| | ω_{plast} [-] | 0,892 | 0,965 | 1,082 |
| DP 600 | H_{IT} [MPa] | 2765 | 2295 | 0,830 |
| | ω_{plast} [-] | 0,878 | 0,960 | 1,093 |
| DP 1000 | H_{IT} [MPa] | 4120 | 4095 | 0,994 |
| | ω_{plast} [-] | 0,836 | 0,945 | 1,130 |

Tab. 32 porovnáva namerané (bulk mechanické vlastnosti) a vypočítané (modelované) hodnoty globálnych mechanických vlastností. Vypočítaný ω_{plast} je väčší ako nameraný ω_{plast} bulk materiálu, pretože v bulk materiáli sú obsiahnuté hranice zrna, ktoré vo všeobecnosti zvyšujú H_{IT} a indentačná plastická práca klesá so zvyšujúcou sa H_{IT} .

Vypočítaná tvrdosť je nižšia ako nameraná H_{IT} bulk materiálu. Pre oceľ DP 1000 vypočítaná tvrdosť sa blížia k nameranej H_{IT} bulk materiálu, pretože nameraná H_{IT} komponentov nie je ovplyvnená podkladom pri meraní. Podklad podceňuje H_{IT} tvrdšieho komponentu. Oceľ DP 1000 obsahuje 77 % tvrdého martenzitického komponentu. Na druhej strane, ocele HR 45 a DP 600 obsahujú 14 % (perlitu) resp. 27 % (martenzitu) tvrdého komponentu, preto dochádza k ovplyvneniu nameraných mechanických vlastností komponentov. Oceľ DP 600 má najväčší rozdiel medzi

vypočítanou tvrdosťou a nameranou H_{IT} bulk materiálu, kde je tento rozdiel 17 %, pretože mikroštruktúra ocele DP 600 obsahuje komponenty, ktoré majú výrazné odlišnú H_{IT} (o 18 %) (pozri Tab. 16, str. 83) a jemnozrnnú mikroštruktúru (pozri Tab. 3, str. 59). Oceľ XSG má rozdiel medzi vypočítanou tvrdosťou a nameranou H_{IT} bulk materiálu len 2,5 %, pretože oceľ XSG má jednokomponentnú a hrubozrnnú mikroštruktúru (Tab. 3, str. 59) [84].

7.2 Model globálnych mechanických vlastností s uvažovaním hraníc zrn

Ako vstupné údaje sú mechanické vlastnosti komponentov, ktoré boli merané pri rôznej vzdialenosti od hranice zrna (oblasti VZ, BHZ, HZ (pozri str. 87)), a tým pádom mechanické vlastnosti komponentov rešpektujú hranicu zrna a jej vlastnosti, Tab. 21, Tab. 22 (pozri str. 89). Globálne mechanické vlastnosti ocelí boli vypočítané pomocou rovníc (36) a (37) (pozri str. 100). Tab. 33 porovnáva namerané (bulk mechanické vlastnosti) a vypočítané (modelované) hodnoty globálnych mechanických vlastností. Vypočítaná tvrdosť pre ocele HR 45 a DP 1000 má väčšie hodnoty ako je nameraná H_{IT} bulk materiálu. Na druhej strane, vypočítaná tvrdosť v prípade ocele DP 600 je o 5 % menšia ako je nameraná H_{IT} bulk materiálu. Model hodnôt pre tvrdosť pracuje najlepšie pre oceľ XSG, kde sa hodnoty blížia k nameranej H_{IT} bulk materiálu. Model hodnôt pre tvrdosť pracuje lepšie ako model hodnôt pre ω_{plast} , pretože modelovací parameter X (rovnica (35) (pozri str. 99)) sa blížila k hodnote 1.

Model hodnôt globálnych mechanických vlastností vypočítaných z komponentov s uvažovaním hraníc zrn pracuje lepšie ako model hodnôt globálnych mechanických vlastností vypočítaných z komponentov s ignorovaním hraníc zrn. Ocele s podobným obsahom tvrdej komponenty a veľkosti zrna (ocеле HR 45, DP 600) (pozri Tab. 3, str. 59) majú podobný rozdiel medzi vypočítanými hodnotami tvrdosti pomocou modelu s uvažovaním hraníc zrn a modelom s ignorovaním hraníc zrn. Oceľ XSG má najmenší rozdiel (1,3 %) medzi vypočítanými hodnotami tvrdosti pomocou modelu s uvažovaním hraníc zrn a modelom s ignorovaním hraníc zrn [85].

Tab. 33 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) globálne mechanické vlastnosti. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaný z mikroštruktúrnych komponentov s uvažovaním hraníc zŕn [84]

| Oceľ | Mech. vlastnosť | Bulk mech. vlastnosti ($F_{\max} = 500 \text{ mN}$) | Model ($F_{\max} = 5 \text{ mN}$) | X [-] |
|----------------|-----------------------------|--|--|-------|
| XSG | H_{IT} [MPa] | 1760 | 1738 | 0,988 |
| | ω_{plast} [-] | 0,879 | 0,964 | 1,097 |
| HR 45 | H_{IT} [MPa] | 2425 | 2545 | 1,049 |
| | ω_{plast} [-] | 0,892 | 0,962 | 1,078 |
| DP 600 | H_{IT} [MPa] | 2765 | 2725 | 0,985 |
| | ω_{plast} [-] | 0,878 | 0,951 | 1,083 |
| DP 1000 | H_{IT} [MPa] | 4120 | 4328 | 1,050 |
| | ω_{plast} [-] | 0,836 | 0,941 | 1,126 |

7.3 Model globálnych mechanických vlastností s čiastočným uvažovaním hraníc zŕn

Ako vstupné údaje sú mechanické vlastnosti štruktúrnych komponentov, ktoré boli merané od hranice zrna smerom do vnútra zrna (oblasti VZ, BHZ (pozri str. 87)), pričom hodnoty vtláčkov, ktoré ležali na hranici zrna neboli brané do hodnotenia, pretože mechanické hodnoty na hraniciach zŕn sú ovplyvnené vysokou drsnosťou hranice zrna a sklonom povrchu zrna, ktorý môže ovplyvniť namerané mechanické vlastnosti na hraniciach zŕn, preto model tieto hodnoty neberie do úvahy. Ako vstupné údaje boli použité hodnoty mechanických vlastností oblasti vnútra zrna a oblasť blízko hraníc zŕn, Tab. 19 (pozri str. 88). Model globálnych mechanických vlastností s čiastočným uvažovaním hraníc zŕn bol vytvorený iba pre oceľ XSG.

Celková plocha feritického zrna v oceli XSG ($190 \pm 17 \mu\text{m}^2$) sa skladá z 29,5 % oblasti blízko hraníc zŕn a z 70,5 % vnútra zrna. Globálna vlastnosť P je funkciou vlastnosti vnútra zrna P(VZ) a vlastnosti blízko hraníc zŕn P(BHZ), v spojený s percentuálnym podielom plochy vnútra zrna a s percentuálnym podielom plochy blízkosti hraníc zŕn. Zmiešavacie pravidlo môžeme prepísať ako:

$$0,705 P(VZ) + 0,295 P(BHZ) = P(\text{zmes rôzne orientovaných feritických zŕn}) \quad (38)$$

Vypočítaná tvrdosť je menšia ako je nameraná H_{IT} bulk materiálu, ale pracuje lepšie ako vypočítaná ω_{plast} , pretože modelovací parameter X (rovnic (35) (pozri str. 99)) sa viac blíži k hodnote 1. Vypočítané hodnoty pomocou modelu s čiastočným uvažovaním hraníc zŕn pracujú najlepšie v porovnaní s vypočítanými hodnotami pomocou modelu s ignorovaním hraníc zŕn, Tab. 32 (pozri str. 101) (rozdiel 2,4 % pre tvrdosť; 3,2 % pre index plasticity) a s vypočítanými hodnotami pomocou modelu s uvažovaním hraníc zŕn, Tab. 33 (pozri str. 103) (rozdiel 1,1 % pre tvrdosť; 2,3 % pre index plasticity) [83].

Tab. 34 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) globálne mechanické vlastnosti (XSG).

Model globálnych mechanických vlastností vypočítaný z mikroštruktúrnych komponentov s čiastočným uvažovaním hraníc zŕn [83]

| Mech. vlastnosť | Bulk mech. vlastnosť ($F_{max} = 500 \text{ mN}$) | Model ($F_{max} = 5 \text{ mN}$) | X [-] |
|--|---|--|-----------------|
| H_{IT} [MPa] | 1760 | 1758 | 0,999 |
| ω_{plast} [-] | 0,879 | 0,942 | 1,072 |

7.4 Model globálnych mechanických vlastností ocelí s uvažovaním kryštalografickej orientácie zrna

Ako vstupné údaje sú mechanické vlastnosti komponentov, ktoré boli merané pri vzdialenosti od hranice zrna väčšej ako strana vtlaku, a tým pádom mechanické vlastnosti jednotlivých komponentov neboli ovplyvnené hranicou zrna (oblasť VZ (pozri str. 87)). Model globálnych mechanických vlastností obsahuje iba vplyv kryštalografickej orientácie feritického zrna na mechanické vlastnosti. Mechanické vlastnosti perlitu v oceli HR 45 a mechanické vlastnosti martenzitu v oceliach DP 600 a DP 1000 budeme v modeli považovať za konštantné a nezávislé od kryštalografickej orientácie, Tab. 16, Tab. 18 (pozri str. 83, 84).

Vplyv kryštalografickej orientácie feritických zŕn na globálne mechanické vlastnosti bol stanovený pomocou modelov, ktoré sú založené na rôznej kombinácii mechanických vlastností kryštalografických rovín, Tab. 24, Tab. 25 (pozri str. 91) a objemových podielov kryštalografických rovín V_{real} , Tab. 6 (pozri str. 62).

1. Model založený na relatívnom pomere základných rovín a ich objemovom podiele:

$$P(F) = P(001)V_{(001)} + P(101)V_{(101)} + P(111)V_{(111)} \quad , \quad (39)$$

kde hodnoty $V_{(001)}$, $V_{(101)}$, $V_{(111)}$ vypočítame ako:

$$V_{(001)} = \frac{100}{V_{\text{real}(001)} + V_{\text{real}(101)} + V_{\text{real}(111)}} V_{\text{real}(001)} \quad (40)$$

$$V_{(101)} = \frac{100}{V_{\text{real}(001)} + V_{\text{real}(101)} + V_{\text{real}(111)}} V_{\text{real}(101)} \quad (41)$$

$$V_{(111)} = \frac{100}{V_{\text{real}(001)} + V_{\text{real}(101)} + V_{\text{real}(111)}} V_{\text{real}(111)} \quad (42)$$

2. Model založený na reálnom podiele základných rovín a aritmetickom priemere ostatných rovín:

$$P(F) = P(001)V_{\text{real}(001)} + P(101)V_{\text{real}(101)} + P(111)V_{\text{real}(111)} + \frac{(P(001)/(101) + P(001)/(111) + P(101)/(111))}{3} (V_{\text{real}(001)/(101)} + V_{\text{real}(001)/(111)} + V_{\text{real}(111)/(101)}) \quad . \quad (43)$$

3. Model založený na reálnom podiele všetkých rovín:

$$P(F) = P(001)V_{\text{real}(001)} + P(101)V_{\text{real}(101)} + P(111)V_{\text{real}(111)} + P(001)/(101)V_{\text{real}(001)/(101)} + P(001)/(111)V_{\text{real}(001)/(111)} + P(101)/(001)V_{\text{real}(101)/(001)} \quad . \quad (44)$$

Tab. 35 Vplyv orientácie feritického zrna na globálnu tvrdosť feritu podľa jednotlivých modelov (rovnice (39), (43), (44))

| Oceľ | XSG | HR 45 | DP 600 | DP 1000 |
|--|------|-------|--------|---------|
| Model pre H_{IT} ferit [MPa] | | | | |
| 1. model | 1665 | 1980 | 2231 | 3119 |
| 2. model | 1670 | 2042 | 2372 | 3641 |
| 3. model | 1687 | 2042 | 2389 | 3614 |

Tab. 36 Vplyv orientácie feritického zrna na globálny index plasticity ω_{plast} feritu (rovnice (39), (43), (44))

| Oceľ | XSG | HR 45 | DP 600 | DP 1000 |
|--|-------|-------|--------|---------|
| Model pre ω_{plast} ferit [-] | | | | |
| 1. model | 0,916 | 0,947 | 0,960 | 0,953 |
| 2. model | 0,944 | 0,966 | 0,941 | 0,951 |
| 3. model | 0,943 | 0,966 | 0,941 | 0,950 |

Globálna tvrdosť feritu závisí od kryštalografickej orientácie feritického zrna. Vypočítaná tvrdosť pomocou modelu, ktorý obsahuje „medziroviny“ (model 2 a model 3) má väčšiu tvrdosť ako vypočítaná tvrdosť pomocou modelu založenom iba na relatívnom podiele základných rovín (model 1), Tab. 35. Globálny ω_{plast} feritu nezávisí od kryštalografickej orientácie feritického zrna, Tab. 36.

Globálne mechanické vlastnosti ocelí boli vypočítané pomocou rovníc (36) a (37) (pozri str. 100) do ktorých za mechanické vlastnosti feritu $P(F)$ boli dosadené vypočítané hodnoty pomocou modelov (rovnice (39), (43), (44) pozri str. 105). Tab. 37 a Tab. 38 porovnávajú namerané (bulk mechanické vlastnosti) a vypočítané (modelované) hodnoty globálnych mechanických vlastností. Vypočítaná tvrdosť dáva menšie hodnoty ako nameraná H_{IT} bulk materiálu, pretože v bulk materiáli je zahrnutá aj H_{IT} hraníc zrna a precipitátov, ktoré zvyšujú H_{IT} . Hodnoty tvrdosti vypočítané pomocou modelu, ktorý obsahuje „medziroviny“ (model 3) sa viac blížia k hodnotám H_{IT} bulk materiálu ako hodnoty tvrdosti vypočítané pomocou modelu založeného iba na relatívnom podiele základných rovín (model 1) pre ocele XSG, HR 45 a DP 600. Oceľ XSG s hrubozrnnou a jednokomponentnou mikroštruktúrou má rozdiel medzi hodnotami tvrdosti vypočítane pomocou modelu 3 a hodnotami tvrdosti vypočítane pomocou modelu 1 len 0,7 %. Oceľ DP 600 má najväčší rozdiel medzi hodnotami tvrdosti vypočítane pomocou modelu 3 a hodnotami tvrdosti vypočítane pomocou modelu 1. Tento rozdiel je 7 %. Rozdiel je z dôvodu jemnozrnej feritickej mikroštruktúry a veľkého rozdielu indentačnej tvrdosti medzi základnými rovinami ((001), (101), (111)) a „medzirovinami“ ((001) a (111), (101) a (111)) (pozri str. 91).

Vypočítaný ω_{plast} dáva väčšie hodnoty ako ω_{plast} bulk materiálu. Hodnoty ω_{plast} vypočítané pomocou modelu založeného na reálnom pomere rovín (model 3) sa menej

blížia k ω_{plast} bulk materiálu, ako hodnoty ω_{plast} vypočítané pomocou modelu založeného na relatívnom pomere základných rovín (model 1).

Tab. 37 Bulk (namerané) a modelované (vypočítané) tvrdosti H_{IT} ocelí. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaný pomocou rôznych modelov (model (1) – (3)) vplyvu orientácie feritického zrna na globálnu tvrdosť H_{IT}

| Oceľ | Bulk H_{IT} [MPa] ($F_{\text{max}} = 500$ mN) | Model pre H_{IT} [MPa] ($F_{\text{max}} = 5$ mN) | | | X [-] | | |
|----------------|---|--|------|------|-------|-------|-------|
| | | 1. | 2. | 3. | 1. | 2. | 3. |
| XSG | 1760 | 1665 | 1670 | 1687 | 0,946 | 0,949 | 0,953 |
| HR 45 | 2425 | 1980 | 2042 | 2042 | 0,816 | 0,842 | 0,842 |
| DP 600 | 2760 | 2231 | 2372 | 2389 | 0,808 | 0,859 | 0,865 |
| DP 1000 | 4120 | 4113 | 4229 | 4223 | 0,998 | 1,026 | 1,025 |

Tab. 38 Bulk (nameraný) a modelovaný (vypočítaný) index plasticity ω_{plast} ocelí. Model globálnych mechanických vlastností vypočítaný pomocou rôznych modelov (model (1) – (3)) vplyvu orientácie feritického zrna na globálny index plasticity ω_{plast}

| Oceľ | Bulk ω_{plast} [-] ($F_{\text{max}} = 500$ mN) | Model pre ω_{plast} [-] ($F_{\text{max}} = 5$ mN) | | | X [-] | | |
|----------------|--|---|-------|-------|-------|-------|-------|
| | | 1. | 2. | 3. | 1. | 2. | 3. |
| XSG | 0,879 | 0,916 | 0,944 | 0,943 | 1,042 | 1,074 | 1,073 |
| HR 45 | 0,892 | 0,949 | 0,966 | 0,966 | 1,064 | 1,083 | 1,083 |
| DP 600 | 0,878 | 0,950 | 0,937 | 0,937 | 1,082 | 1,067 | 1,067 |
| DP 1000 | 0,836 | 0,928 | 0,934 | 0,934 | 1,110 | 1,117 | 1,117 |

8 Záver

Predložená dizertačná práca je zameraná na modelovanie globálnych mechanických vlastností na základe nameraných lokálnych vlastností pomocou DSI a hodnotením vplyvov mikroštruktúrnych zložiek na globálne mechanické vlastnosti. V súlade s vytýčenými cieľmi predkladanej práce, na základe vykonaných experimentov a ich diskusie, je možné konštatovať nasledujúce závery:

Výber vhodného materiálu na modelovanie

- Na základe teoretického rozboru boli pre modelovanie vybrané tenké oceľové plechy, s rôznym napäťovo-deformačným správaním. Medza pevnosti bola od 286 MPa do 1109 MPa a mikroštruktúra bola tvorená komponentmi ferit, perlit a martenzit v závislosti od akosti ocele.

Vplyv faktorov na meranie mechanických vlastností oceľových plechov pomocou DSI

- DSI je vhodná na meranie lokálnych a globálnych mechanických vlastností ocelí pri vhodne nastavených parametroch. Pri meraní lokálnych mechanických vlastností je potrebné venovať pozornosť hranici zrna. Na meranie lokálnych mechanických vlastností pomocou DSI vplyvajú rôzne faktory, ktoré vyplývajú z vlastností tvrdomeru a vlastností povrchu vzorky.
- V experimentálnom programe práce boli vyriešené nasledujúce vplyvy:
 - Skúmané ocele majú teoretický predpoklad ku vzniku pile-upu, preto výsledky merania analyzované metódou Oliver&Pharr budú nadhodnotené.
 - Hodnoty nameraných globálnych mechanických vlastností sú okrem pile-upu ovplyvnené aj ISE, pričom pile-up má väčší vplyv ako ISE.
 - Najväčší vplyv ISE môžeme pozorovať v prípade ocele DP 600, kde indentačná tvrdosť vykazuje relatívny nárast o 16 % z maximálnej $F_{\max} = 500$ mN na minimálnu $F_{\max} = 100$ mN.
 - Vplyv pile-upu na namerané mechanické vlastnosti klesá so zvyšujúcim sa exponentom deformačného spevnenia. Minimálny vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti môžeme pozorovať v oceli XSG ($n = 0,211$), kde indentačný modul môže byť nadhodnotený až o 18 % a indentačná tvrdosť až o 33 %.

Maximálny vplyv pile-upu na mechanické vlastnosti môžeme pozorovať v oceli HR 45 ($n = 0,16$), kde indentačný modul môže byť nadhodnotený maximálne až o 29 % a indentačná tvrdosť až o 49 %.

- Rastúca deformácia znižuje vplyv pile-upu z dôvodu, že deformačné spevnenie obmedzuje tok materiálu k povrchu vzorky.
- Optimálny spôsob prípravy povrchu vzorky na meranie vlastností komponentov v oceliach je mechanicko-chemické leštenie, lebo minimalizuje drsnosť povrchu vzorky a deformačné spevnenie povrchovej vrstvy.

Mechanické vlastnosti mikroštruktúrnych komponentov

- Pomocou DSI boli stanovené nasledujúce mechanické vlastnosti jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov: indentačná tvrdosť, indentačný modul a index plasticity.
- Na modelovanie globálnych mechanických vlastností bola vytvorená databáza (indentačná tvrdosť H_{IT} , indentačný modul E_{IT} , index plasticity ω_{plast}) jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov, kapitola 5.3.
- Mechanické vlastnosti feritu sú závislé od kryštalografickej orientácie zrna. Roviny (111) a (101) majú väčšiu indentačnú tvrdosť a indentačný modul ako rovina (001). Index plasticity nezávisí od kryštalografickej orientácie.
- Pre jednotlivé komponenty s rastúcou deformáciou index plasticity klesá; tvrdosť rastie. Indentačná tvrdosť perlitu v oceli HR 45 je pri deformácii $\psi = 0,4$ o 60 % väčšia ako indentačná tvrdosť perlitu bez deformácie $\psi = 0$.
- Indentačná tvrdosť feritu v oceli XSG vykazuje anizotropiu. Najnižšie hodnoty sú v rovine kolmej na smer valcovania plechu, najvyššie sú v rovine plechu.

Modelovanie globálnych mechanických vlastností

- V práci sú predložené mikromechanické modely globálnych mechanických vlastností oceľových plechov.
- Vstupné údaje do modelu sú experimentálne získané lokálne mechanické vlastnosti a výstup z modelu sú globálne mechanické vlastnosti.
- Zmiešavacie pravidlo je vhodné na modelovanie globálnych mechanických vlastností oceľových plechov. Na overenie spoľahlivosti zmiešavacieho pravidla bola použitá

ocel s jednokomponentnou a hrubozrnnou mikroštruktúrou – XSG ocel', kde model pracoval spoľahlivo.

- Boli definované faktory ovplyvňujúce fungovanie modelu:
 - Model, ktorý je počítaný z mikroštruktúrnych komponentov s čiastočným uvažovaním hraníc zrn najlepšie vystihuje namerané vlastnosti bulk materiálu.
 - Hranice zrna majú výrazný vplyv na globálne mechanické vlastnosti, a preto mechanické vlastnosti oblasti hraníc zrn musia byť zahrnuté do modelu. Model pre tvrdosť lepšie funguje ako model pre index plasticity. Ocele, ktoré majú podobnú veľkosť zrna a obsah tvrdej mikroštruktúrnej komponenty majú podobný vplyv hraníc zrn na zmiešavací model.
 - Kryštalografická orientácia má výrazný vplyv na globálne mechanické vlastnosti, a preto musí byť zahrnutá do modelu. Model pre tvrdosť počítaný pomocou reálneho pomeru jednotlivých kryštalografických orientácií najlepšie vystihuje nameranú tvrdosť bulk materiálu.
 - Hranica zrna má väčší vplyv na globálnu tvrdosť ako kryštalografická orientácia zrna. Rozdiel medzi najlepšie a najhoršie fungujúcim modelom zohľadňujúci hranice je 16,4 %. Rozdiel medzi najlepšie a najhoršie fungujúcim modelom zohľadňujúci kryštalografickú orientáciu je 7 %.

9 Výhľad do budúcnosti

Pre ďalší výskum k danej téme odporúčam doplniť nasledujúce informácie:

1. V oceli HR 45 zmerať mechanické vlastnosti jednotlivých komponentov v perlite.
2. V komponente perlit určiť vplyv medzilamelárnej vzdialenosti na globálne mechanické vlastnosti a porovnať mechanické vlastnosti lemalárneho a globulárneho perlitu.
3. V oceliach DP 600 a DP 1000 zmerať mechanické vlastnosti jednotlivých latick martenzitu.
4. V komponente martenzit porovnať mechanické vlastnosti medzi latickovým a doskovým.
5. Odstrániť vplyv technologickej prípravy povrchu vzorky na mechanické vlastnosti hranice zrna a zmerať mechanické vlastnosti hranice zrna.
6. Rozšíriť databázu mechanických vlastností jednotlivých mikroštruktúrnych komponentov v oceli o ďalšie komponenty (napr. bainit, cementit) a mechanické vlastnosti (napr. medzu pevnosti).
7. Určiť vplyv ďalších mikroštruktúrnych faktorov na globálne mechanické vlastnosti ocelí (napr. precipitátov).

10 Zoznam vlastných publikácií

1. BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Effect of pile-up on the mechanical characteristics of steel by depth sensing indentation. *Key engineering materials*. 2014, 606, 81-84. ISBN 978-3-03835-062-0.
2. BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Effect of pile-up on the mechanical characteristics of steel with different strain history by depth sensing indentation. *Metal 2014 – Conference proceedings*. Ostrava. 2014, 629-633. ISBN 978-80-87294-54-3.
3. BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Effect of sample preparation on mechanical properties of individual phases in steel by depth sensing indentation. *Workshop for Ph.D. students of Faculty of textile engineering and Faculty of mechanical engineering TUL*. 2014, 169-173. ISBN 978-80-7494-100-9.
4. BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Effect of experimental factors on hardness measurement using the UCI technique. *Materials science forum*. 2014, 782, 61-64. ISBN 978-3-03835-072-9.
5. KAŠIAROVÁ, Monika, Peter TATARKO, Peter BURIK, Ján DUSZA and Pavol ŠAJGALÍK. Thermal shock resistance of Si_3N_4 and Si_3N_4 -SiC ceramics with rare-earth oxide sintering additives. *Journal of the european ceramic society*, 2014, 34, 3301-3308. ISSN 09552219.
6. BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Pile-up correction of mechanical characteristics of individual phases various steel by depth sensing indentation. *Key engineering materials*. 2015, 662, 7-10. ISSN 1013-9826.
7. BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Analysis of mechanical properties of individual phases in steels by depth sensing indentation. *Key engineering materials*. 2015, 635, 116-220. ISBN-13: 978-3-03-03835-344-7.
8. BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Model of the relationship between local and global mechanical properties of individual microstructure components in steel sheets based on depth sensing indentation measurement. *Proceedings of the fifteenth international conference on civil, structural and environmental engineering computing*. 2015. ISSN 1759-3433.
9. BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Effect of crystallographic orientation on mechanical properties of steel sheets by depth sensing indentation. *Metal 2015 – Conference proceedings*. Ostrava. 2015, 626-630. ISBN 978-80-87294-62-8.

10. BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Model of the relationship between local and global mechanical properties of individual microstructure components in interstitial free steel sheet based on depth sensing indentation measurement. Workshop for students Ph.D. of Faculty of textile engineering and Faculty of mechanical engineering TUL. 2015, 200-204. ISBN 978-80-7494-229-7.
11. BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK, Zuzana ANDRŠOVÁ, Pavel KEJZLAR and Pavol ZUBKO. Effect of strain history of steel sheets on the mechanical characteristics of individual microstructural components by depth sensing indentation. Defect and diffusion forum, 2016, 368, 45-48. ISSN: 1662-9507.
12. BURIK, Peter, Pavol ZUBKO, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Steel pile-up characterization by atomic force microscopy. (v tlači)
13. BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK, Zuzana ANDRŠOVÁ and Pavel KEJZLAR. Effect of grid indentation parameters on the mechanical characteristics of steel sheets by depth sensing indentation. (v tlači)

11 Zoznam použitej literatúry

- [1] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie materiálov*. Bratislava. 1989, 408.
- [2] ZUBKO, P. *Lokálne mechanické vlastnosti v mikroobjemoch kovových materiálov*. Košice. Dizertačná práca. Technická univerzita v Košiciach. 2007. Školiteľ: L. Pešek.
- [3] PANTANO, M.F., H.D. ESPINOS and L. PAGNOTTA. Mechanical characterization of materials at small length scales. *Journal of mechanical science and technology*. 2012, 26 (2), 545-561.
- [4] KAMAT, S.V. Experimental techniques for the measurement of mechanical properties of materials used in microelectromechanical systems. *Defence science journal*. 2009, 59 (6), 605-615.
- [5] AMBRIŠKO L., T. KANDRA and L. PEŠEK. Hodnotenie indentačných a deformačných charakteristík laserových zvarov. *Chem. listy*. 2011, 105, 150-154.
- [6] PEŠEK, L. *Lokálne mechanické vlastnosti z pohľadu experimentálnych metód. Lokálne mechanické vlastnosti*. 2004. ISBN 8080732353.
- [7] DUŠEK, J. *Tvrdosť, mikrotvrdosť, nanotvrdosť – čisté kovy mērené metódou DSI*. Brno. Dizertačná práca. Masarykova univerzita v Brne. 2008. Školiteľ V. Navrátil.
- [8] ISO 14577-1:2002, *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method*.
- [9] VADASOVÁ, Z. and L. PEŠEK. Aplikácia DSI metód na stanovenie húževnatosti konštrukčných materiálov. *Metalurgia junior 2006: Deň doktorandov HF*. 2006, 97-100. ISBN 80-8073-540-9.
- [10] HAY, J.L. *Instrumented indentation testing. Mechanical testing and evaluation*. 2000, 8, 232-244.
- [11] FISCHER, A.C. and CRIPPS. *Nanoindentation*. 3New South Wales. 2011, 279 (3). ISSN 0941-5122.
- [12] HAY, J.L. *Introduction to instrumented indentation testing. Society for experimental mechanics*. 2009, 66-72.
- [13] MILLER, D.C. *Nanoindentation notes. Nanoindentation. Anthony Fischer-Cripps Oliver et. al. J. Mater. Res*. 2004, 19 (1), 3-20.
- [14] HAY, J.L. *Instrumented indentation testing. ASM Handbook*. 2000, 8, 232-244.

- [15] PEŠEK, L. Štandardizácia v oblasti inštrumentovanej tvrdosti. Lokálne mechanické vlastnosti – Inštrumentovaná tvrdosť a jej možnosti. 1. slovensko – český seminár, Košice, 1.-2. 12. 2004, KNoM HF TU v Košiciach, CD ROM.
- [16] LUCCA, D.A., K. HERRMANN and M.J. KLOPFSTEIN. Nanoindentation: measuring methods and applications. D.A. Lucca et al. / CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2010, 59, 803-819.
- [17] FISCHER, A.C. and CRIPPS. A review of analysis methods for sub-micron indentation testing. Vacuum. 2000, 58, 569-585.
- [18] GUO, W.CH., H. XU, X.Q. GAO, X.L. HOU and Y. LI. A modified method for hardness determination from nanoindentation experiments with imperfect indenters. Advances in materials science and engineering. 2015.
- [19] CZICHOS, H., T. SAITO and L. SMITH. Springer handbook of metrology and testing. 2011. ISBN: 978-3-642-16640-2.
- [20] KUNERT, M. Mechanical properties on nanometer scale and their relations to composition and microstructure – A nanoindentation study on carbon implanted Ti-6Al 4V. Stuttgart. 2000. Dizertačná práca. Max-Planck-Institut für Metallforschung. Vedúci práce E.J. Mittemeijer.
- [21] MENČÍK, J. Determination of mechanical properties by instrumented indentation. Meccanica. 2007, 42. DOI 10.1007/s11012-006-9018-6.
- [22] VOYIADJIS, G.Z. and R. PETERS. Size effects in nanoindentation: an experimental and analytical study. Acta mech. 2009. ISBN 10.1007/s00707-009-0222-z.
- [23] ELMUSTAFA, A.A. and D.S. STONE. Nanoindentation and the indentation size effect: Kinetics of deformation and strain gradient plasticity. Journal of the mechanics and physics of solids. 2003, 51, 357-381.
- [24] ZHI, H.X. Mechanical characterization of coatings and composites depth-sensing indentation and finite element modeling. 2004. ISBN 91-7283-719-5.
- [25] ERGART, M. Application of instrumented nanoindentation in preformulation studies of pharmaceutical active ingredients and excipients. Acta pharm.. 2016, 66, 303-330.
- [26] PETRÍK, J. and P. Palfy. Variability of indentation size effect (ISE) of standard reference block. MAPAN-journal of metrology society of India. 2014, 29 (1), 43-50.

- [27] ZHU, L.N., B.S. XU and H.D. WANG. Measurement of mechanical properties of 1045 steel with significant pile-up by sharp indentation. *J. mater sci.* 2011, 46, 1083-1086.
- [28] TAJLAT, B. and G.M. PHARR. Development of pile-up during spherical indentation of elastic-plastic solids. *International journal of solids and structures.* 2004, 41, 3891-3904.
- [29] MIYAKE, K., S. FUJISAWA, A. KORENAGA, T. ISHIDA and S. SASAKI. The effect of pile-up and contact area on hardness test by nanoindentation. *Japanese journal of applied physics.* 2004, 43, 4602-4605.
- [30] KESE, K. and Z.C. LI. Semi-ellipse method for accounting for the pile-up contact area during nanoindentation with the Berkovich indenter. *Scripta materialia.* 2006, 55, 699-702.
- [31] LEE, Y.H., U. BAEK, Y.L. KIM and S.H. NAHM. On the measurement of pile-up corrected hardness based on the early Hertzian loading analysis. *Materials letters.* 2007, 61, 4039-4042.
- [32] Chapter 4: Factors affecting nanoindentation test data. [vid. 02 February 2013]. Dostupné z: http://link.springer.com/chapter/10.1007%2F978-1-4419-9872-9_4
- [33] ZHOU, X., Z. JIANG, H. WANG and R. YU. Investigation on methods for dealing with pile-up errors in evaluating the mechanical properties of thin metal films at sub-micron scale on hard substrates by nanoindentation technique. *Materials science and engineering.* 2008, 488, 318-332.
- [34] BOLSHAKOV, A. and G.M. PHARR. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *J. mater. res.* 1998, 13, 1049-1058.
- [35] WANG, Z. Influences of sample preparation on the indentation size effect and nanoindentation pop-in on nickel. Knoxville. 2012. Dizertačná práca. University of Tennessee. Vedúci práce G. Pharr.
- [36] CSM Instruments. The Influence of surface roughness on instrumented indentation testing (IIT). *Advanced mechanical surface testing.* 2007, 23.
- [37] KIM, J.Y., J.J. LEE, Y.H. LEE, J.I. JANG and D. KWONN. Effects of rough surface on contact depth for instrumented microindentation using spherical indenter. *Solid state phenomena.* 2007, 124-126, 1337-1340.

- [38] TÓTH R., J. SOLÁR. Vplyv elektroliticko – plazmového procesu na vlastnosti povrchu. [vid. 08 October 2016]. Dostupne z: https://www.mtf.stuba.sk/docs//internetovy_casopis/2003/3/toth.pdf
- [39] CHEN, W., M. LI, T. ZHANG, Y.T. CHENG and C.M. CHENG. Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation. *Materials science and engineering*. 2007, A 445-446, 323-327.
- [40] NOHAVA, J., P. HAUSILD and N.X. RANDALL. Grid nanoindentation on multiphase materials for mapping the mechanical properties of complex microstructures. *Imeko 2010 TC3, TC5 and TC22 Conferences, Metrology in modern context*. 2010, 195-198.
- [41] RANDALL, N.X., M. VANDAMME and F.J. ULM. Nanoindentation analysis as a two-dimensional tool for mapping the mechanical properties of complex surfaces. *Journal of materials research*. 2009, 24, 679-690.
- [42] NĚMEČEK, J. Nanoindentation of heterogeneous structural materials. Praha. 2000. Habilitačná práca. Czech Technical University in Prague.
- [43] CONSTANTINIDES, G., K.S. RAVI CHANDRAN, J. ULMA and K.J. VAN VLIET. Grid indentation analysis of composite microstructure and mechanics: Principles and validation. *Materials science and engineering*. 2006, A 430, 189-202.
- [44] HERDITZKY, A., M. KICKO and M. OLEXOVÁ. Moderné koncipované ocele použité pri výrobe automobilovej karosérie. *Transfer inovácií*. 2008, 12, 106-109.
- [45] ZIMOVČÁK, P., L. HRABOVČÁKOVÁ and M. ČERNÍK. Microstructural properties of high-strength IF steels. *Metal 2008*. 2008.
- [46] ŠTEFAN, B. and M. ŠLESÁR. Fyzikálno – metalografické koncepcie moderných hlbokoľážných ocelí valcovaných za studena. *Plechý v automobilovom priemysle*. 1991, 16-23.
- [47] GIRMAN, V. and V. HRABČÁKOVÁ. Kovové materiály automobilových konštrukcií – II. Karoséria a karosárske plechy. *Materials engineer*. 2012, 1337-8953.
- [48] TSIPOURIDIS, P. Mechanical properties of dual-phase steels. Mnichov. 2006. Dizertačná práca. Technische Universität München. Vedúci práce H. Baiser.
- [49] BAYRAM, A., A. UGU and M. ULA. Effects of microstructure and notches on the mechanical properties of dual phase steels. *Materials characterization*. 1999, 43, 259-269.

- [50] KUZIÁK, R., R. KAWALLA and S. WAENGLER. Advanced high strength steels for automotive industry. Archives of civil and mechanical engineering. 2008, 7.
- [51] HRIVŇÁK, I. Zváranie a zvariteľnosť materiálov. Bratislava: STU, 2009, 492. ISBN 978-80-227-3167-6.
- [52] BAIER, H. Mechanical properties of dual-phase steel. Mníchov. 2006. Dizertačná práca. Technische Universität München. Vedúci práce H. Baiser.
- [53] Trendy ve vývoji plechů pro automobilový průmysel. [vid. 10 October 2016] Dostupné z:http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud_materialy/spt/pevnostni%20plechy.pdf
- [54] AHMAD, S. and I.A. CHANNA. Mathematical relationship between ferritic, pearlitic and average grain size of steel. Journal of modern science and technology. 2013, 1, 1-18.
- [55] STOJAKOVIC, D. Electron backscatter diffraction in materials characterization. Processing and application of ceramics. 2012, 61-13.
- [56] CHEN, Z., Y. YANG and H. JIAO. Some applications of electron back scattering diffraction (EBSD) in materials research. Scanning electron microscopy. 2012, 55-72. ISBN 978-953-51-0092-8.
- [57] MAN, O. Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství. Brno. 2010. Dizertačná práca. Vysoké učení technické v Brne. Vedúci práce J. Švejcar.
- [58] SURYA, R.K. and J.V. SHRADDHA. Mechanical characterization of grain boundaries using nanoindentation. Current opinion in solid state and materials science. 2014, 18, 196-204.
- [59] WANG, M.G. Indentation strain burst phenomenon induced by grain boundaries in niobium. Journal of materials research. 2004, 19(8), 2478-2486.
- [60] SOIFER, Y.M., A. VERDYAN, M. KAZAKEVICH and E. RABKIN. Nanohardness of copper in the vicinity of grain boundaries. Scripta materialia. 2008, 47, 799-804.
- [61] SCHMITZ, G.J. and U. PRAHL. Integrative computational materials engineering: concepts and applications of a modular simulation platform. Weinheim, Germany: Wiley-VCH. 2012. ISBN 978-3-527-64611-1.
- [62] ASHBY, M.F. Physical modeling of materials problems. Materials science and technology. 1992, 102-111.

- [63] ALLABBSI, F. Micromechanical modeling of dual phase steels. Montreal. 2004. Dizertačná práca. McGill University.
- [64] ALLABBSI, F. and J.A. NEME. Micromechanical modeling of the effect of particle size difference in dual phase steels. International journal of solids and structures. 2003, 40, 3379-3391.
- [65] FEREDUNI, E. and S.S. GHASEMI BANADKOUKI. Reliability / unreliability of mixture rule in a low alloy ferrite–martensite dual phase steel. Journal of alloys and compounds. 2013, 577, 351–359.
- [66] CHOI, Y., W.Y. CHOO and D. KWON. Analysis of mechanical property distribution in multiphase ultra fine grained steels by nanoindentation. Scripta materialia. 2001, 45, 1401-1406.
- [67] ARMAKI, G., H.R. MAA, S.P. BHAT, S. SRIRAM, J.R. GREER and K.S. KUMAR. Deformation response of ferrite and martensite in a dual-phase steel. Acta materialia. 2013.
- [68] GAVENDOVÁ, P., I. PETRYSHYNETS, M. SOPKO and F. KOVÁČ. Dependence of grains hardness on their orientation in electrical steels. Metal 2014. 2014.
- [69] NYGARDS, M. and P. GUDMUNDSON. Micromechanical modeling of ferritic/pearlitic steels. Materials science and engineering. 2002, A325, 435-443.
- [70] BURIK, Peter, Pavol ZUBKO, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Steel pile-up characterization by atomic force microscopy. (v tlači)
- [71] BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Effect of pile-up on the mechanical characteristics of steel by depth sensing indentation. Key engineering materials. 2014, 606, 81-84. ISBN 978-3-03835-062-0.
- [73] BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Effect of pile-up on the mechanical characteristics of steel with different strain history by depth sensing indentation. Metal 2014 – Conference proceedings. Ostrava. 2014, 629-633. ISBN 978-80-87294-54-3.
- [73] BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK and Lukáš VOLESKÝ. Pile-up correction of mechanical characteristics of individual phases various steel by depth sensing indentation. Key engineering materials. 2015, 662, 7-10. ISSN 1013-9826.
- [74] MILMAN, Y.V., A.A. GOLUBENKO and S.N. DUB. Indentation size effect in nanohardness. Acta materialia. 2011, 59, 7480-7487.

- [75] DURST, K., B. BACKERS and M. GOKEN. Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone. *Scripta materialia*. 2005, 52, 1093-1097.
- [76] BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Effect of sample preparation on mechanical properties of individual phases in steel by depth sensing indentation. Workshop for Ph.D. students of Faculty of textile engineering and Faculty of mechanical engineering TUL. 2014, 169-173. ISBN 978-80-7494-100-9.
- [77] WANG, X., X. YANG, Z. GUO, Y. ZHOU and H. SONG. Nanoindentation characterization of mechanical properties of ferrite and austenite in duplex stainless steel. *Advanced materials research*. 2007, 26-28, 1165-1170.
- [78] PEŠEK, L., P. ZUBKO and P. KALMÁR. Using the instrumented indentation test for mechanical parameters of phases in dual phases ferrite / martensite steels. *Acta metallurgica slovacica*. 2004, 10, 203-207. ISSN 1335-1532.
- [79] BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Analysis of mechanical properties of individual phases in steels by depth sensing indentation. *Key engineering materials*. 2015, 635, 116-220. ISBN-13: 978-3-03-03835-344-7.
- [80] SHUMAN, D., and M.S. ANDRADE. Using new atomic force microscope software to measure the hardness of grain and microconstituents. *Hardmeko*. 2004.
- [81] RODRÍUEZ R. and I. GUTIRREZ. Correlation between nanoindentation and tensile properties influence of the indentation size effect. *Mater. sci. eng.* 2003, 361, 377-384.
- [82] HAY, J. Mapping the mechanical properties of 2205 duplex stainless steel. 2013. [vid. 08 October 2016]. Dostupne z: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5991-0381EN.pdf>
- [83] BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Model of the relationship between local and global mechanical properties of individual microstructure components in interstitial free steel sheet based on depth sensing indentation measurement. Workshop for students Ph.D. of Faculty of textile engineering and Faculty of mechanical engineering TUL. 2015, 200-204. ISBN 978-80-7494-229-7.

-
- [84] BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Model of the relationship between local and global mechanical properties of individual microstructure components in steel sheets based on depth sensing indentation measurement. Proceedings of the fifteenth international conference on civil, structural and environmental engineering computing. 2015. ISSN 1759-3433.
- [85] BURIK, Peter and Ladislav PEŠEK. Effect of crystallographic orientation on mechanical properties of steel sheets by depth sensing indentation. Metal 2015 – Conference proceedings. Ostrava. 2015, 626-630. ISBN 978-80-87294-62-8.
- [86] GAVENDOVÁ, P., F. KOVÁČ, I. PETRYSHYNETS, M. SOPKO and M. MOLNÁROVÁ. Nanohardness of grains of electrotechnical steel at elevated temperature. Acta metallurgica slovacica. 2012, 18 (4), 156-161.
- [87] BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK, Zuzana ANDRŠOVÁ, Pavel KEJZLAR and Pavol ZUBKO. Effect of strain history of *steel sheets* on the mechanical characteristics of individual microstructural components by depth sensing indentation. Defect and diffusion forum, 2016, 368, 45-48. ISSN: 1662-9507.
- [88] BURIK, Peter, Ladislav PEŠEK, Zuzana ANDRŠOVÁ and Pavel KEJZLAR. Effect of grid indentation parameters on the mechanical characteristics of steel sheets by depth sensing indentation. (v tlači)

12 Prílohy

Príloha A: CD médium – dizertačná práca v elektronickej podobe.